

12 JUN 1973



387210

P.- 46.693
W.E. Case Nº
41.590
U.S. Ser Nº 2837

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C 09 F 21
SUBCLASE H V

entidad norteamericana

con domicilio en Gateway Center, Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América.

por: "UN METODO DE RECUBRIR CON UN RECUBRIMIENTO FOSFORESCENTE DE CLOROFOSFATO DE ESTRONCIO ACTIVADO CON EUROPIO, UNA ENVOLTURA DE UNA LAMPARA"
(Clase Internacional C09k)



Esta Invención se refiere a composiciones luminiscentes de recubrimiento y el recubrimiento con las mismas de tubos o envolturas de lámparas.

5 En la Solicitud americana nº 726.464, presentada el 3 de mayo de 1968 y poseída por el cesionario de la presente Invención, se detalla una familia de composiciones luminiscentes que emiten luz azul, de anchura de banda pequeña. El miembro más eficaz de esta familia, es la composición de clorofosfato de estroncio, activado con euro
10 pio, cuyo máximo de emisión está situado en unos 446,5 na nometros y cuya anchura media de emisión es de unos 33 na nometros. Esta familia de composiciones es muy eficaz para absorber y excitarse por radiación ultravioleta en una zona amplia, que incluye radiaciones hasta de unos 400 na
15 nometros. Las propiedades del clorofosfato de estroncio hace muy interesante su utilización para numerosas aplicaciones.

Uno de los problemas que surgen al utilizar la composición de clorofosfato de estroncio, es que cuando se
20 emplea en un dispositivo normal de descarga de vapor de mercurio de baja presión, como recubrimiento interno, la producción de luz azul disminuye, espectacularmente, durante el funcionamiento. Así pues, al objeto de hacer comercialmente interesante el empleo del pigmento o recubrimien
25 to fosforescente, es necesario mejorar el denominado mantenimiento de la producción inicial de luz de la composición.

El empleo de adiciones de oxiclورو de antimonio y óxido de antimonio para mejorar el mantenimiento de pigmentos fosforescentes de silicato, se describe en la Pa
30

387210



5 tente de EE.UU. 2.727.864, expedida el 20 de diciembre de
1955. Esta Patente sugiere que el mismo tratamiento tiene
aplicación para el pigmento fosforescente normal de halo-
fosfato, activado con manganeso y antimonio, que es el más
comunmente empleado en lámparas fluorescentes. Sin embargo,
se ha descubierto que la adición de oxihaluros de antimonio
y óxido de antimonio a los bien conocidos pigmentos fosfo-
rescentes de halofosfato, reduce, en efecto, la producción
luminosa de las lámparas fluorescentes así obtenidas y afec-
10 ta de manera adversa al mantenimiento de estas lámparas
fluorescentes. Por tanto, el tratamiento descrito en la
Patente antes mencionada, no ha encontrado utilización co-
mercial con los pigmentos fosforescentes de halofosfato.

15 Según la presente Invención, una composición lumi-
niscente de recubrimiento para aplicarla a una combinación
luminiscente, comprende un pigmento fosforescente de clo-
rofosfato de estroncio activado con europio divalente y
una cantidad, previamente determinada, de óxido de antimo-
nio (Sb_2O_3) y/o de un compuesto de antimonio que se descom-
20 pone fácilmente por el calor en el óxido.

 Preferiblemente, el óxido de antimonio está pre-
sente en una cantidad comprendida entre el 0,25 y el 1,6
por ciento en peso del pigmento fosforescente. Si parte, o
la totalidad, del antimonio está presente como compuesto
de antimonio que se descompone por el calor, la cantidad
25 es tal, que la cuantía total del antimonio presente en la
composición de recubrimiento es igual al número de átomos
gramo de antimonio contenido en la adición de óxido de an-
timonio desde 0,25 a 1,6 por ciento en peso, basada en el
30 peso del pigmento fosforescente.



Aun cuando pueden emplearse diversos compuestos de antimonio capaces de descomponerse por el calor, el óxido cloruro de antimonio ha probado ser especialmente adecuado,

5 La Invención incluye también un método de recubrir con un pigmento fosforescente de clorofosfato de estroncio activado con europio divalente, una envoltura de una lámpara, que comprende formar una pintura de recubrimiento que contiene un vehículo líquido, un aglutinante orgánico que se descompone por el calor, dicho pigmento fosforescente, y una cantidad previamente determinada de óxido de antimonio finamente dividido y/o un compuesto de antimonio, que se descompone fácilmente por el calor dando el óxido, recubrir con dicha pintura la superficie interna de dicha envoltura de la lámpara y calentar dicho recubrimiento a una temperatura previamente determinada, volatilizándolo con ello dicho aglutinante y adhiriendo dichos pigmentos fosforescentes y óxido de antimonio a dicha envoltura.

15 También, según la Invención, se incluye un dispositivo luminiscente que comprende un dispositivo de descarga de vapor de mercurio como fuente de radiación ultravioleta y un recubrimiento luminiscente sobre un sustrato transmisor de luz, al menos parcialmente, estando dispuesto dicho recubrimiento para ser excitado por dicha radiación ultravioleta, y cuyo recubrimiento comprende un pigmento fosforescente de clorofosfato de estroncio activado con europio, y óxido de antimonio.

20 La composición de recubrimiento puede prepararse, de forma conveniente, añadiendo una cantidad de óxido antimonio, previamente determinada, disuelta en ácido clorhídrico concentrado, a una suspensión de clorofosfato de es-

387210

29



troncio activado con europio, $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:\text{Eu}^{2+}$, en una solución de amoniaco, seguido de agitación, separación y desecación del producto. La disolución de óxido de antimonio en ácido clorhídrico da como resultado la formación de una solución de tricloruro de antimonio y cuando ésta se añade a la solución amoniaca que contiene el pigmento fosforescente, se forma oxiclорuro de antimonio insoluble y se precipita en forma finamente dividida, mezclado con el pigmento fosforescente. El oxiclорuro de antimonio sobre el pigmento fosforescente se separan del vehículo acuoso, por ejemplo, mediante filtración.

Después de aplicar la composición de recubrimiento como pintura a la superficie interna de una envoltura de una lámpara, el tratamiento térmico descompone el oxiclорuro de antimonio (temperatura de descomposición de 170°C) en óxido de antimonio. El recocido o calentamiento de la composición de pigmento fosforescente de recubrimiento se lleva a cabo en aire y puede efectuarse en un intervalo amplio de temperaturas, por debajo de la temperatura de reblandecimiento del vidrio. Cuanto más baja es la temperatura, mayor es el tiempo necesario. El calentamiento de la composición, de recubrimiento, obtenido durante el proceso de recocido, es necesario para conseguir el mantenimiento aumentado que se desea. Se cree, que tal calentamiento da como resultado un recubrimiento superficial protector uniforme, de óxido de antimonio sobre el pigmento fosforescente.

Se ha obtenido un aumento significativo en el mantenimiento de la luz azul, por la adición, en un intervalo extenso, de óxido de antimonio y/u oxiclорuro de anti



monio. Se ha observado un mantenimiento comparablemente mejorado, con una adición tan pequeña como 0,25 por ciento en peso y con una adición tan elevada como el 1,6 por ciento en peso. Como se ha indicado anteriormente, estas cantidades no constituyen un intervalo crítico de adición, sino, sencillamente, un intervalo de adición preferido, habiéndose conseguido, en efecto, alguna mejora en los valores del mantenimiento, con una adición comprendida entre 0,05 y diversos porcentajes en peso.

No hay diferencia apreciable en las cifras de mantenimiento mejorado, cuando se añade óxido de antimonio o cuando se utiliza oxiclорuro de antimonio. La manera más conveniente de llevar a la práctica la Invención, es, simplemente, incluir el óxido de antimonio en el barniz de pintura normal, utilizado para aplicar los pigmentos fosforescentes a lámparas fluorescentes tubulares.

En el pigmento fosforescente de clorofosfato de estroncio utilizado en la presente Invención, el activador de europio divalente se encuentra presente, preferiblemente, en una cantidad tal que la proporción de átomos-gramo de europio a metal total está comprendida entre $3,6 \times 10^{-3}$ y $3,5 \times 10^{-2}$.

La Invención se ilustra, seguidamente, con referencia a los Ejemplos que figuran a continuación:

EJEMPLO I

Se suspendieron en 1 litro de agua destilada que contenía 15 ml de amoniaco concentrado, 100 gramos de clorofosfato de estroncio activado con europio, $Sr_5(PO_4)_3Cl:Eu^{2+}$.

387210



5

A esta mezcla se añadió una solución de 0,5 gramos de óxido de antimonio, Sb_2O_3 , disueltos en 3,5 ml de ácido clorhídrico concentrado, y se agitó la mezcla. La suspensión se filtró después, separando así la mayor parte del vehículo acuoso, y el producto se secó a fondo por calentamiento a una temperatura comprendida entre 110°C y 250°C, para eliminar el vehículo acuoso residual.

EJEMPLO II

10

15

El producto seco del Ejemplo I se mezcló después con 150 ml de un vehículo de pinturas convencional, conteniendo etil-celulosa, y se aplicó a una envoltura de una lámpara fluorescente tubular. La envoltura recubierta se recoció después, en aire, a una temperatura comprendida entre 550 y 675°C para eliminar el aglutinante volatilizable y fijar sobre el tubo el recubrimiento luminiscente. La siguiente tabla compara el efecto, sobre el mantenimiento de la luz azul, de la adición del oxiclорuro de antimonio y/o de óxido de antimonio, cuando el pigmento fosforescente se utiliza en un dispositivo de descarga de vapor de mercurio a baja presión:

20

T A B L A

25

Producción de luz azul --- Mantenimiento de la luz
(% de la producción inicial)

30

	100 horas	500 horas	1000 horas
$Sr_5(PO_4)_3Cl:Eu$ sin tratar	67%	55%	52%
$Sr_5(PO_4)_3Cl:Eu$ tratado con Sb	96%	93%	92%

387210

12 JUN



5 Los valores de mantenimiento de la luz azul se obtuvieron midiendo la energía total radiada en un intervalo comprendido entre 400 y 500 nanómetros, aproximadamente, utilizando un filtro de función \bar{z} normal, donde \bar{z} se refiere a la coordenada de cromaticidad normal.

10 La Invención puede ponerse en práctica, asimismo, mezclando simplemente, 100 gramos del pigmento fosforescente con 0,5 gramos, aproximadamente, de Sb_2O_3 finamente dividido e incorporando después esta mezcla en una pintura normal de recubrimiento, para su aplicación a una envoltura de lámpara fluorescente. El tratamiento térmico se proporciona durante el proceso de recocido de la lámpara. El óxido de antimonio
15 puede suspenderse también, en el barniz de pintura y añadirse después el pigmento fosforescente.

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 14 de Enero de 1970, bajo el N° 2837, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

7.6.73

387210

12 JUN 1973



REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

15

20

25

1ª.- Un método de recubrir con un recubrimiento fosforescente de clorofosfato de estroncio activado con europio, una envoltura de una lámpara, que comprende formar una pintura de recubrimiento que contiene un vehículo líquido, un aglutinante orgánico que se descompone por el calor, dicho recubrimiento fosforescente y una cantidad previamente determinada de óxido de antimonio finamente dividido y/o de un compuesto de antimonio que se descompone fácilmente por el calor dando el óxido, recubrir con dicha pintura la superficie interna de dicha envoltura de la lámpara, y calentar dicho recubrimiento a una temperatura previamente determinada, volatilizándolo con ello dicho aglutinante y adhiriendo dichos recubrimiento fosfores-

7.6.73



cente y óxido de antimonio a dicha envoltura.

2ª.- Un método, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto de antimonio es oxiclорuro de antimonio.

5 3ª.- Un método, según las reivindicaciones 1ª ó 2ª, en el que la cantidad de óxido de antimonio añadida, está comprendida entre 0,25 y 1,6 por ciento del peso de dicho recubrimiento fosforescente.

10 4ª.- Un método, según las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, en el que cuando se añade el compuesto de antimonio que se descompone por el calor, la cantidad es tal, que iguala al número de átomos gramo de antimonio contenido en la adición de óxido de antimonio, de desde 0,25 hasta 1,6 por ciento, basado en el peso del recubrimiento fosforescente.

15 5ª.- Un método, según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, en el que dicha temperatura de calentamiento está comprendida, preferiblemente, entre 550 y 675°C, aproximadamente.

20 6ª.- Un método de recubrir con un recubrimiento fosforescente de clorofosfato de estroncio activado con europio, una envoltura de una lámpara.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

387210

12 JUN



Esta Memoria consta de once hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 JUN. 1973

P.A.

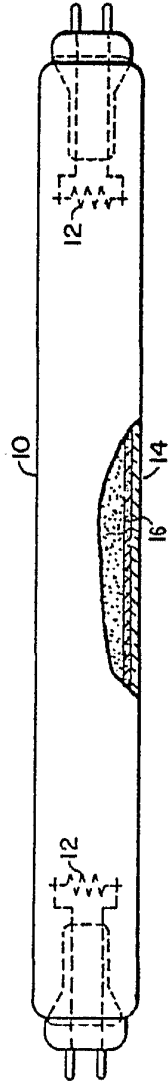
Albarró de Elizaburu
Per. Madrid.

7.6.73
MCM

- 11 -

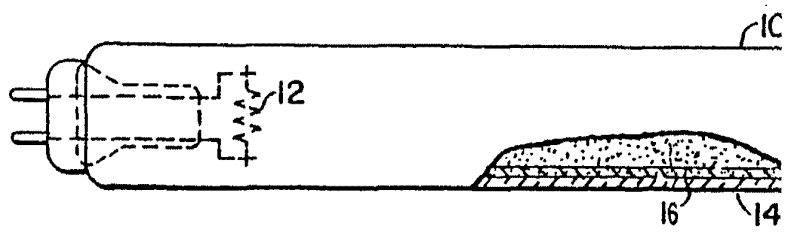
387240

387240

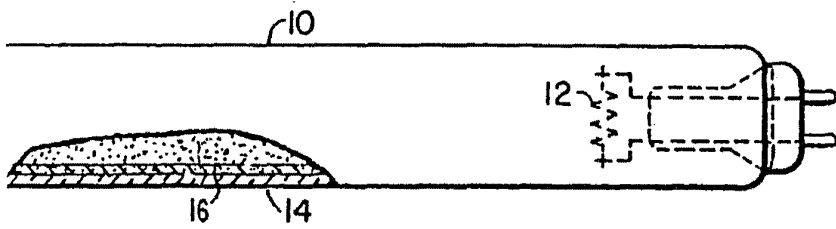


Anti

387210



387210



Auto