

Rehecha I



274976

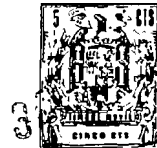
20 FEB 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
formulada el 27 de Febrero de 1962, con el Núm. 274.976
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años
a nombre de COMPAGNIE DES LAMPES, entidad francesa, esta-
blecida en 29 Rue de Lisbonne, París, Francia, por:
"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA FABRICACION DE CUERPOS DE ALU-
MINA POLICRISTALINA DE GRAN DENSIDAD"

Este invento se refiere a cuerpos cerámicos y más -
particularmente a cuerpos policristalinos de alúmina de -
elevada densidad que tienen propiedades de transmisión óp-
tica mejoradas, comparadas con las propiedades de transmi-
sión óptica de cuerpos de alúmina policristalinos conoci-
dos, y a métodos para formar tales cuerpos de alúmina.

Los cuerpos de cristales sencillos de zafiro óptico
se sabe que poseen características ópticas y físicas alta-
mente deseables, tales como elevada resistencia, elevada
densidad y un alto grado de transparencia, así como la fa



cultad de conservar estas propiedades, en grado elevado, a elevadas temperaturas. Puesto que el coste de producción de los cuerpos de zafiro de cristales sencillos es relativamente grande, se han usado generalmente sólo en casos en que los requerimientos eran tales que ningún substitutivo adecuado era asequible, o donde el coste no era un factor de importancia.

El tamaño y forma de los cuerpos que pueden hacerse de cristales sencillos es relativamente limitado, en tanto que los cuerpos de alúmina policristalina hechos de acuerdo a las prácticas existentes son de poco o ningún valor cuando deben considerarse las propiedades de transmisión de energía radiante, debido a su opacidad inherente. Por ejemplo, las envolturas para gas de alúmina cristalina para el uso en lámparas de alta temperatura, particularmente aquéllas del tipo de descarga de arco, serían extremadamente útiles si la alúmina fuera transparente. Tales artículos no pueden hacerse de cristales sencillos, o al menos no en tamaños muy grandes, y mientras una envoltura del tamaño y forma deseados puede hacerse de partículas de alúmina de acuerdo a prácticas existentes, no sería de ningún valor en una lámpara debido a la falta de transmisión adecuada de energía radiante. Las envolturas de alúmina transparente pueden en ciertos casos ser más útiles que, por ejemplo, las envolturas de sílice fundida para los manantiales infrarrojos, a causa de la mejor transmisividad infrarroja intrínseca. Las ventanas para uso en aplicaciones de elevada temperatura, tales como hornos, cohetes de alta velocidad, etc., pueden también hacerse ventajosamente de alúmina policristalina transpa-

274976



rente. Así, los cuerpos de alúmina policristalina transparente pueden hallar un uso general en aplicaciones donde se necesita un grado substancial de transmisividad y donde el material debe conservar su transmisividad y resistencia mecánica a temperaturas elevadas.

La adquisición de transparencia o transmisividad -- substanciales en un cuerpo policristalino de alúmina de elevada densidad depende de varios factores, estando relacionados los factores principales como muestra la fórmula:

$$I/I_0 = \left(e^{-\alpha d} \right).$$

En esta fórmula, I representa la intensidad de luz transmitida, I_0 la intensidad de luz incidente, α el coeficiente de absorción y d el espesor de la muestra. Se omite la corrección por reflexión superficial o dispersión de luz dentro del cuerpo, puesto que la transmisión en línea es todo lo que necesita considerarse para los propósitos actuales. La transmisión en línea se define aquí como la relación de la cantidad de energía radiante que entra en una muestra dada, dentro de un cono de entrada especificado, a la cantidad de energía radiante emergente contenida dentro de un cono que tiene los mismos límites angulares que el cono de entrada. En este caso, los valores de la transmisión en línea están basados en conos de energía radiante de 6° y 7°. Los valores obtenidos de esta manera se percibe que son más importantes con respecto a la transparencia de los cuerpos de alúmina que los valores de la transmisión total, debido al hecho de que porcentajes de transmisión total bien por encima de 90 pueden obtenerse

14976



en un material, por ejemplo vidrio deslustrado, sin alcanzar ningún grado importante de transparencia.

5 La densidad del cuerpo puede considerarse como un factor algo más indirecto que afecta al grado de transmisividad, porque los poros ocluidos dispersan los rayos de luz y en efecto aumentan la longitud de la trayectoria, d, a través del sólido. Por consiguiente, hasta donde una mayor densidad reduce el número de poros del material, puede asumirse que la densidad tiene un efecto sobre la --
10 transmisividad.

Las grietas de los límites de los granos resultantes de velocidades anormales o excesivamente grandes de crecimiento de los granos actúan esencialmente como poros en su efecto sobre la transmisividad. Es decir, las grietas de los límites, al actuar como los poros, aumentan en efecto la longitud de la trayectoria d, y reducen la --
15 transparencia resultante del cuerpo. Se apreciará que el crecimiento de los granos debe ser suficientemente reprimido para evitar el agrietamiento de los límites de los --
20 granos y la reducción resultante en la transmisividad del cuerpo de alúmina.

Una característica final que debe considerarse es la cantidad de precipitado, o segunda fase, que está presente en el cuerpo de alúmina. Si el porcentaje es demasiado grande, esto es, la pureza de la alúmina demasiado
25 baja, ocurrirá demasiada difusión y la transmisión en línea disminuirá.

Un objeto principal de este invento es proporcionar un cuerpo policristalino, de elevada densidad, que tiene
30 suficiente transmisividad para suministrar una substancial



transmisión en línea de energía radiante a través del mismo.

5 Otro objeto de este invento es crear un cuerpo policristalino, de elevada densidad, de alúmina capaz de una transmisión en línea por milímetro de espesor del cuerpo de al menos el 10 por ciento de la energía radiante de la longitud de onda en la escala de longitudes de onda de -- unos 0,30 micron a unos 6,6 micrones.

10 Otro objeto de este invento es crear, un cuerpo policristalino de alúmina conteniendo pequeñas adiciones de un agente retardador del crecimiento del grano para evitar el agrietamiento de los límites de los granos y por -- ello reducir la dispersión de los rayos de luz que pasan a través de dicho cuerpo.

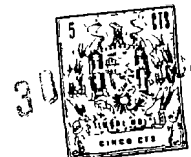
15 Un objeto adicional de este invento es crear un procedimiento para hacer cuerpos policristalinos de alúmina capaces de una transmisión en línea por milímetro de espesor del cuerpo de al menos el 10 por ciento de la energía radiante de la longitud de onda en la escala de longitu--
20 des de onda de unos 0,30 micron a unos 6,6 micrones.

Otro objeto de este invento es disponer un procedimiento para hacer un cuerpo policristalino a partir de -- alúmina finamente dividida en el cual la mayor proporción de la alúmina tiene un tamaño de partículas dentro de la,
25 escala de 5 micrones a 10 micrones y en que la alúmina restante es de tamaño inferior al micrón (submicron).

Otros objetos y ventajas de este invento serán en -- parte obvios y en parte explicados por referencia a los -- dibujos y descripción que se acompañan.

30 Expresado brevemente, el presente invento provee --

274976



5 cuerpos policristalinos de alúmina de elevada densidad -- que tienen una transmisión en línea de no menos que el 10 por ciento por milímetro de espesor de la energía radiante de la longitud de onda en la escala de longitudes de onda de 0,30 micron a unos 6,6 micrones y procedimientos para hacer tales cuerpos.

En los dibujos:

La Fig. 1 muestra curvas relacionando la transmisividad al tanto por ciento de magnesia añadida;

10 La Fig. 2 es una curva que muestra la relación entre la temperatura de cocción y la contracción del cuerpo;

La Fig. 3 muestra el porcentaje de transmisividad en línea de varias longitudes de onda de energía radiante a través de cuerpos de alúmina de espesores variables y a través de un cuerpo hecho de zafiro óptico;

15 La Fig. 4 es otra gráfica que muestra curvas representando la transmisión en línea sobre la escala de longitudes de onda de 0,2 a 7,0 micrones de tres de los nuevos cuerpos de alúmina de este invento; y

20 La Fig. 5 es aún otra gráfica mostrando curvas que señalan la transmisividad total sobre una substancial escala de longitudes de onda de cada uno de los tres cuerpos representados por las curvas de la Fig. 4.

25 En general, un método para formar un cuerpo de alúmina que tenga las características ópticas deseadas comprende la compactación de una mezcla de alúmina finamente dividida con adiciones menores de magnesia, y la cocción del compacto por períodos predeterminados de tiempo a una temperatura no inferior a unos 1700°C. La cocción se llevará a cabo sea en el vacío sea en un medio hidrógeno pa-

30

4976



ra obtener una transmisividad óptima.

Más específicamente, de acuerdo a un método preferido del invento, los cuerpos de alúmina policristalina que tienen las propiedades ópticas deseadas se hacen preparando una mezcla de polvo de alúmina de elevada pureza finamente dividido con hacia $1/16$ a hacia $1/2$ en peso por --
5 ciento de magnesia finamente dividida. La alúmina puede -- consistir enteramente de partículas de tamaño submicron -- teniendo un tamaño medio de hacia 0,05 a hacia 0,20 micro --
10 nes, o hasta 70 por ciento de alúmina de 5 a 10 micrones de tamaño de partículas pueden mezclarse con no menos del 30 por ciento de la alúmina de tamaño submicron que actúa como agente de ligazón de las partículas mayores. Pueden usarse si se desea mezclas que contienen porcentajes meno --
15 res de tamaño de partículas de 5 a 10 micrones y relativamente más de tamaño de partículas submicron.

La pureza de la alúmina puede variar algo, dando la alúmina de 99,6% resultados sólo ligeramente inferiores a los obtenidos con 99,99 por ciento de alúmina pura. En ge --
20 neral, no obstante, la pureza no caerá por debajo de 99 -- por ciento y será preferiblemente tan alta como sea posible para reducir la cantidad de formación de la segunda -- fase la cual afectaría la transparencia del cuerpo final por causa de dispersión excesiva.

Se ha hallado que debe evitarse un excesivo crecimiento de los granos durante la operación de cocción o para --
25 obtener el grado apropiado de transparencia. Una gran proporción de crecimiento de los granos no es deseable porque da por resultado el agrietamiento de los límites de --
30 los granos y porque muchos de los poros inclusos llegan a



ser retenidos dentro del cuerpo del grano y no pueden difundirse fácilmente fuera del compacto. Se cree que la -- adición de magnesia limita el crecimiento de los granos -- porque fija los límites de los granos y evita que los límites arrastren los poros inclusos y retengan los poros -- dentro del cuerpo del grano. Por supuesto, el agrietamiento por esfuerzo también se alivia. De este modo, las mezclas de alúmina pueden sinterizarse a elevadas temperaturas para realizar el grado deseado de transparencia.

En tanto que la adición de magnesia finamente dividida a alúmina finamente dividida permite la sinterización de la alúmina en un cuerpo policristalino que tiene considerable transparencia, ocurrirá una reducción en -- transparencia debida a la formación incrementada de una espinela ($MgAl_2O_4$) como una segunda fase. La espinela actúa para decrecer la transmisión en línea incrementando -- la cantidad de dispersión dentro del cuerpo. De esta manera, se apreciará que hay una escala óptima de porcentajes de adición de magnesia y las mejores propiedades ópticas se obtendrán cuando el peso por ciento de magnesia añadida cae dentro de esta escala.

La relación entre el porcentaje en peso de la adición de magnesia, la formación de espinela y la transparencia relativa se muestra en la Fig. 1 de los dibujos.

La abscisa muestra el contenido de magnesia y la ordenada las cantidades relativas de transmisión en línea a través de cuerpos policristalinos de alúmina de aproximadamente 1,7 mm de espesor. La curva 5 indica que la transparencia de un cuerpo de alúmina aumenta rápidamente desde 0 por ciento de magnesia y alcanza un valor máximo, para la ra-



diación infrarroja, cuando se añade hacia $\frac{1}{10}$ de peso --
por ciento de magnesia. Las adiciones ligeramente menores,
por ejemplo del orden de $\frac{1}{16}$ por ciento o menos, se pre-
fieren generalmente cuando se involucran longitudes de on-
5 da visibles. Las adiciones de cantidades de magnesia en -
exceso de $\frac{1}{10}$ de peso por ciento causan la disminución -
de la transparencia, pero a una rapidez menor que la que
tiene lugar de 0 a $\frac{1}{10}$ por ciento de magnesia. Las adi--
ciones que oscilan de $\frac{1}{16}$ a $\frac{1}{2}$ de peso por ciento pue--
10 den usarse, prefiriéndose en la mayoría de los casos las
adiciones de $\frac{1}{16}$ a $\frac{1}{4}$ de peso por ciento. Se cree que -
este tipo de curva resulta del hecho que pequeños porcen-
tajes de MgO efectivamente impiden el crecimiento anormal
de los granos, mientras se eliminan los poros retenidos,-
15 sin causar la formación de una cantidad de espinela de la
segunda fase suficiente para reducir la transparencia.
Una vez que la cantidad de magnesia excede de hacia $\frac{1}{10}$
por ciento, la cantidad de espinela formada llega a ser -
bastante grande para reducir la transparencia materialmen-
20 te.

Las curvas 6, 7 y 8 de la Fig. 1 representan como -
el porcentaje de espinela formada aumenta uniformemente -
con un aumento en el contenido de magnesia y además mues-
tran el efecto de la temperatura de sinterización sobre -
25 la cantidad de formación de espinela. Los efectos de la -
temperatura se estudiarán más completamente después.

Mientras la presencia de magnesia durante la opera-
ción de sinterización es esencial para la producción de -
los nuevos cuerpos de alúmina de este invento, no es nece-
30 sario guardar las características únicas de transmisión -



de luz de estos cuerpos en operaciones posteriores o continuadas de sinterización o cocción. Así, la magnesia puede cocerse de estos cuerpos en gran extensión o completamente de suerte que las curvas de la Fig. 1 y particularmente la curva 5 deben interpretarse, como antes se indica, que significan o designan el contenido de magnesia del cuerpo durante la operación principal de sinterización -- cuando la nueva característica de transmisión de la luz -- se está estableciendo.

5

10 Siguiendo a la mezcla de la alúmina y magnesia, la mezcla se compacta a presiones suficientes para producir compactos que tienen densidades en crudo no menores que el 35 por ciento de la densidad teórica de un cristal sencillo de alúmina. Generalmente, la presión ejercida para --
15 formar un compacto de densidad en crudo apropiada cae dentro de la escala de hacia 786 a 7860 kg/cm², dependiendo del tamaño del cuerpo que ha de producirse, y una presión sobre 786 kg/cm² se ha hallado que es preferida en la mayoría de los casos normales. Si se usa una densidad en --
20 crudo de menos del 35 por ciento teórico, entonces las -- propiedades ópticas no alcanzan los valores necesarios.

15

20

Si el compacto crudo tiene más de unos 9,5 mm de espesor, entonces será precocido en una atmósfera que contenga oxígeno, tal como el aire, por no menos de una hora para realizar la transmisividad óptima. Los espesores de --
25 cuerpo de menos de 9,5 mm pueden hacerse transparentes -- sin el precocido, aunque el precocido puede llevarse a cabo sin afectar adversamente la transmisividad del cuerpo resultante. La longitud del precocido no se piensa que --
30 sea crítica, mientras es en exceso de una hora. Pueden --

25

30

274976



usarse tiempos de precocido más largos pero la transparen-
cia del cuerpo final no se mejora materialmente.

5 Las temperaturas de precocido serán preferiblemente
por encima de 1000°C y por debajo de unos 1700°C, exten-
diéndose la escala preferida de 1000°C a 1200°C. Las mues-
tras de ensayo precocidas en aire a 1150°C por una hora,--
1240°C por una semana, 1300°C por 2 días, 1400°C por una
hora y una muestra que no fue precocida en modo alguno, --
10 no mostraron ninguna diferencia apreciable en transparen-
cia cuando al fin se situaron en el estado final por gra-
dos subsiguientes de tratamiento.

15 Refiriéndose a la Fig. 2 de los dibujos, la gráfica
muestra la cantidad de contracción del compacto marcada --
contra las temperaturas crecientes, habiendo sido cada --
muestra precocida en aire a alguna temperatura particular
durante una hora. El grado máximo de contracción tiene lu-
gar entre unos 1200°C a 1500°C, tras de lo cual la con-
tracción varía muy poco conforme la densidad del compacto
se aproxima a la máxima teórica. Puesto que la transparen-
20 cia puede realizarse precociendo a temperaturas relativa-
mente bajas, probablemente no es económicamente práctico
precocer a temperaturas más altas. El precocido dentro de
la escala de 1000°C a 1200°C da el compacto resistencia --
suficiente para trabajarlo a máquina en la forma deseada
25 y el grado requerido de densidad se obtiene cuando se da
al compacto su sinterización final.

30 El grado final en la preparación de un cuerpo de --
alúmina transparente consiste en sinterizar el compacto a
temperaturas no inferiores a 1700°C, y preferiblemente --
dentro de la escala de 1800°C a 1950°C. Se percibe que --

274976



las temperaturas más altas son normalmente más ventajosas porque puede tener lugar una difusión hacia fuera aumentada de los poros retenidos del cuerpo, con un aumento concomitante en las propiedades ópticas. Generalmente hablando, el compacto puede cocerse por períodos variables de tiempo, dependientes de la temperatura de sinterización. A la temperatura más baja, sea 1700°C, puede requerirse un período de 24 horas en tanto que a 1900°C, el tiempo puede reducirse a tan poco como 6 a 10 horas o menos. Naturalmente, períodos de tiempo más largos a las temperaturas más elevadas pueden usarse para producir un cuerpo de transparencia algo mejor que la que se obtendría si se usara menos tiempo. Por ejemplo, compactos cocidos a 1900°C durante 1000 minutos (16-²/₃ horas) se halló que tienen muy buena transmisividad. Este cocido final se realiza mejor en una atmósfera de hidrógeno para lograr la máxima transparencia, si bien el calentamiento puede efectuarse en el vacío y obtener aun propiedades de transmisión óptica del orden de las logradas en hidrógeno.

Refiriéndose nuevamente a las Curvas 6, 7, y 8 de la Fig. 1, está indicado que las temperaturas más bajas de sinterización dan por resultado menor formación de espinela. Sin embargo, las cantidades de espinela formadas con las adiciones de los porcentajes preferidos de magnesia no son lo suficientemente diferentes para excluir el uso de las temperaturas más altas, particularmente puesto que las temperaturas más altas producen un grado de transparencia que no es alcanzable por el uso de las temperaturas más bajas.

La Curva 10 de la Fig. 3 muestra las propiedades de

4976



transmisión óptica de un cuerpo de alúmina de forma de --
disco, de 0,94 mm de espesor, hecho de acuerdo al presen-
te procedimiento. Este artículo estaba hecho mezclando --
una cantidad suficiente de magnesia finamente dividida --
5 con alúmina de tamaño submicron (0,05 a 0,2 micron) para
que resultase hacia $1/8$ en peso por ciento de magnesia --
presente en la mezcla final. La mezcla se efectuó en un --
mezclador "Waring" que tiene paletas mezcladoras rotati--
vas de aluminio para asegurar que la magnesia estaba ente-
10 ramente dispersada en toda la alúmina, usándose las pale-
tas de aluminio para reducir la posibilidad de introducir
contaminantes de manchas en la mezcla en polvo. Es obvio
que cualquier otro aparato mezclador conveniente, o méto-
dos, pueden usarse.

15 El polvo mezclado magnesia-alúmina era a continua--
ción comprimido en la forma de disco a una presión de --
unos 3144 kg/cm² y precocido en aire por una hora a 1200°
C. Siguiendo a la precocción, el disco se colocó en un --
horno de devanado de molibdeno, elevado a una temperatura
20 de 1700°C, manteniéndose esta temperatura por 100 minutos,
y enfriado entonces a la temperatura de la habitación. Se
volvió a cocer luego a 1900°C y se mantuvo el cuerpo a es-
ta temperatura en una atmósfera de hidrógeno por 1000 mi-
nutos antes de enfriarlo a la temperatura de la habita--
25 ción. El cuerpo tratado era entonces preparado para las -
medidas ópticas pulimentándole en caras opuestas y el es-
pesor final, como ya se mencionó, era 0,94 mm.

La transmisión en línea del cuerpo final excedió 10
por ciento desde unos 0,30 micrones hasta unos 6,6 micro-
30 nes y alcanzó un valor máximo de hacia 33 por ciento a --

1976



5,5 micrones. Adicionalmente, la transmisión de energía - radiante excedió 20 por ciento en la banda infrarroja desde unos 3 hasta 6,3 micrones, haciendo por esto el cuerpo de particular utilidad en los casos en que la transmitencia de longitudes de onda intermedias de radiación infrarroja es importante. Las medidas precedentes se condujeron sobre un espectrofotómetro Carey Modelo 14 producido por Applied Physics Corporation de Monrovia, California (E.E. U.U.) y sobre un espectrómetro Perkin-Elmer equipado con un prisma de sal gema. Los datos en la escala de longitud de onda hasta 1,0 micron se obtuvieron con la máquina Carey, mientras los datos restantes en toda la escala de longitudes de onda de 1,0 a 6,6 micrones se obtuvieron con la máquina Perkin-Elmer.

Valores representativos de transmisividad, incluyendo aquellos mencionados antes, se presentan en la siguiente Tabla I:

TABLA I

	<u>Longitud de Onda</u> <u>(Micrones)</u>	<u>Transmisividad</u> <u>en Línea %</u>
20	0,30	11,3
	0,50	13,0
	1,00	14,0
	2,00	17,8
25	3,00	19,0
	4,00	25,2
	5,00	27,8
	5,50	34,0
	6,00	28,5
30	7,00	0,5

274976



Los valores de transmisividad de un segundo cuerpo preparado de la misma manera general que el cuerpo precedente están indicados en las Curvas 11-15 de la Fig. 1. En este caso, no obstante, el cuerpo se hizo de una mezcla de polvo de alúmina finamente dividida conteniendo 1/10 en peso por ciento de magnesia finamente dividida. La presión de compactación era 786 kg/cm² y el cuerpo final era, una vez más, de forma de disco, siendo el espesor final del orden de 4,2 mm. El precocido del compacto en crudo se llevó a cabo a 1200°C por una hora y al compacto precocido se le dió un cocido final en hidrógeno a 1900°C durante 1000 minutos. Después que el cuerpo se había enfriado, las superficies opuestas se pulimentaron y se evaluaron las propiedades de transmisión en un espectrofotómetro Perkin-Elmer usando un prisma de sal gema. La construcción general y operación de este aparato se muestran y describen en "Journal of the Optical Society of America", Vol. 40, Nº 1, páginas 29-41, enero, y Nº 2, páginas 93-101, febrero, 1950. Los conos de entrada y emergencia de energía radiante tenían 6° de amplitud y la distancia entre la muestra de alúmina y el punto focal se aumentó a unos 38 mm, en comparación con los 25,4 mm usados normalmente.

Como la Curva 11 indica, el cuerpo de 4,2 mm de espesor alcanzó un valor máximo de transmisión de hacia 29 por ciento para longitudes de onda de energía radiante del orden de unos 5 micrones y excedió el 10 por ciento de transmisión en todas las longitudes de onda de 3 a 5,9 micrones.

Las Curvas 12-14 representan las propiedades de

274976



transmisión de cuerpos progresivamente más delgados hechos del cuerpo de 4,2 mm de espesor usado en la obtención de los datos de la Curva 11. Para obtener la curva 12, el cuerpo de 4,2 mm se reducía en espesor a 3,3 mm, se volvía a pulimentar y se determinaban las propiedades ópticas. El mismo procedimiento se seguía al reducir el cuerpo sucesivamente a un espesor de 2,2, 1,2 y 0,5 mm, con objeto de poder determinar el efecto del espesor del cuerpo sobre la transmisividad.

10 El cuerpo de 3,3 mm alcanzó una transmisión máxima de hacia 38 por ciento a unos 5 micrones de longitud de onda, el cuerpo de 2,2 mm un máximo de hacia 50 por ciento a unos 5 micrones de longitud de onda, el cuerpo de 1,2 mm una transmisión máxima de hacia 66 por ciento a 5 micrones de longitud de onda y el cuerpo de 0,5 mm alcanzó una transmisión máxima de hacia 79 por ciento a 4,9 micrones. Al comparar los valores de transmisión máxima como funciones del espesor del cuerpo, resulta claro que la transmisividad aumenta linealmente conforme el espesor del cuerpo disminuye. Finalmente, se notará que la transmisión en línea de los cuerpos de 3,3 y 2,2 mm exceden de 10 por ciento para todas las longitudes de onda entre 2,4 a 6 y 1,5 a 6,2 micrones, respectivamente. El cuerpo de 1,2 mm tenía hacia 19 por ciento de transmisión a una longitud de onda de 1 micron, comenzando las medidas a este valor, y excedía 10 por ciento al aumentar a hacia 6,6 micrones. El cuerpo de 0,5 mm tiene un 42 por ciento de transmisión a 1 micron y excedía 10 por ciento al aumentar hasta unos 6,9 micrones. Se presentan valores de transmisión adicionales en la siguiente Tabla II:

274976



TABLA II

Longitud de Onda (Micrones)	TRANSMISIVIDAD EN LINEA %				
	Espesor del Cuerpo en mm				
	0,5	1,2	2,2	3,3	4,2
1,0	42,0	19,0	7,0	2,0	2,0
2,0	55,0	32,0	15,0	7,5	4,0
3,0	66,0	46,0	27,0	17,0	10,0
4,0	74,5	60,0	42,0	30,0	22,0
5,0	79,0	66,0	50,0	38,0	29,0
6,0	66,5	45,0	25,0	12,0	7,0
7,0	7,0	1,0	0,0	0,0	0,0

La Curva 16 de la Fig. 1 muestra la transmisividad en línea de un cuerpo de zafiro óptico de 0,94 mm de espesor. Al comparar esta curva con la del cuerpo de 0,5 mm de alúmina sinterizada (Curva 15), resulta claro que la transmisividad del último cuerpo se aproxima a la del zafiro. Es por consiguiente posible substituir un cuerpo de zafiro por un cuerpo sinterizado en muchos casos en que el zafiro ha sido hasta ahora el único material aceptable. También es posible usar cuerpos de alúmina sinterizada en casos en que es aceptable una transmisividad óptica algo reducida pero donde las características físicas deben aproximarse a las del zafiro.

En los ejemplos precedentes, las materias primas, a saber, los polvos finamente divididos de alúmina y magnesia, se mezclaban mediante aparatos de agitación física convenientes. No es necesario que se usen estos medios particulares, puesto que otros métodos de mezclar los dos

274976



32
polvos pueden trabajar tan efectivamente.

5 Por ejemplo, se hizo un cuerpo disolviendo carbonato de magnesio en ácido clorhídrico y formando una solución de cloruro magnésico. La alúmina estaba en forma de alumbre de amonio calcinado y el cloruro magnésico se añadió al material de alúmina en suspensión acuosa, para dar 0,2 a 0,5 por ciento en peso de magnesia en la alúmina. En el presente caso, se usaron 0,5 moles por ciento de magnesia, correspondiendo esta cantidad a hacia 0,2 por ciento en peso de magnesia.

10 La suspensión de alúmina con cloruro magnésico en solución se molió en un frasco de polietileno con bolas molidoras de alúmina por unas 3 horas, siendo aceptable una molidura de entre 2 a 4 horas. Se precipitó entonces hidróxido de magnesio sobre la alúmina por la adición de amoníaco hasta que el pH se elevó a 7, siendo la suspensión agitada vigorosamente durante la precipitación. Esta suspensión se colocó en un desecador para separar agua hasta que se formó un gel y el gel se homogeneizó por agitación. La desecación se completó a 150°C, y la torta desecada final se pulverizó a la malla -100 y se calcinó a continuación a unos 1300°C por 6 horas. El período de calcinación puede oscilar de unas 24 horas a 1200°C bajando a unas 4 horas a 1350°C, estando el tiempo exacto escogido más o menos dictado por las preferencias individuales.

25 Después de la calcinación, la torta se redujo físicamente a un estado finamente dividido y el polvo se comprimió a unos 7860 kg/cm² para formar un compacto crudo. El compacto crudo se colocó en un horno de devanado de molibdeno y se coció a 1775°C en una atmósfera de hidrógeno

30



por 24 horas. El cocido final se llevó a cabo en aire a -
1500°C. El tiempo de volver a cocer en el aire no es crí-
tico y puede omitirse si se desea. Después que el cuerpo
hubo completado los ciclos de cocción, fué pulimentado en
5 caras opuestas hasta que su espesor final fue del orden -
de $\frac{1}{2}$ mm y se tomaron medidas de transmisión en el dispo-
sitivo de medidas ópticas Perkin-Elmer antes mencionado.
En la tabla siguiente se muestran valores representativos
de la transmitancia para las diversas longitudes de onda.

10

TABLA III

	<u>Longitud de Onda</u> <u>(micrones)</u>	<u>Transmisión en Línea</u> <u>%</u>
	2,0	16,5
	3,0	21,0
15	4,0	31,0
	5,0	42,0
	5,5	46,0
	5,9	48,0
	6,0	47,5
20	6,5	38,0
	7,0	15,0
	7,5	0,0

Refiriéndose a la Fig. 4, la transmisión en línea -
25 por ciento está marcada contra la longitud de onda en mi-
cronos, en una gráfica semilogarítmica, para tres cuerpos,
17, 18 y 19, de este invento. Estos cuerpos, igual que --
los representados por las Curvas 10-15 de la Fig. 3, eran
de forma de disco y se hicieron de acuerdo con el presen-
30 te método nuevo. Así, el polvo de alúmina finamente divi-



dida descrito antes se mezcló con 0,25 por ciento de car-
 bonato de magnesio (equivalente a 0,1 en peso por ciento
 de magnesia) en forma finamente dividida que corresponde
 al polvo fino de magnesia empleado como se describió an-
 tes. La mezcla resultante esencialmente uniforme se com-
 primió entonces hidrostáticamente y se precoció, esto es,
 se calentó a 1100°C y se mantuvo a esa temperatura por --
 una hora. Se trabajaron a máquina muestras de los cuerpos
 de sinterización y se sinterizaron como indica la Tabla -
 IV, y entonces se probaron para la transmisión en línea y
 transmisividad total con los resultados en las gráficas -
 de las Figs. 4 y 5.

TABLA IV

Curvas	Presión de Formación kg/cm ²	Densidad tras la compresión gramos/cc	Sinterización	
			Tiempo horas	Temp. °C
17 y 20	1120	1,75	1,5	1800
18 y 21	1120	1,75	3,0	1800
19 y 22	392	1,43	4,0	1900

Cada una de las tres muestras de la Tabla IV tenían
 un milímetro de espesor y estaban pulimentadas en caras -
 opuestas para exámenes espectroscópicos los que fueron --
 conducidos en una máquina Carey Modelo 14 y una máquina -
 Perkin-Elmer Modelo 21 al reunir los datos representados
 por los puntos mostrados en las Curvas 17, 18 y 19 de la
 Fig. 4. Estas mismas muestras se examinaron con ayuda de
 un espectrógrafo Beckman DK-1 (equipado con un Accesorio
 de Reflectancia Modelo 24500) al reunir los datos de --

4976



transmisión total representados por las Curvas 20, 21 y 22 en la gráfica semilogarítmica de la Fig. 5. De consiguiente, hay una base para la comparación directa entre la transmisión en línea y la transmisión total de estas tres muestras, las Curvas 17 y 20, 18 y 21, y 19 y 22 designando respectivamente, las tres muestras, como se muestra en la Tabla IV.

Cada una de las Curvas 17, 18 y 19 se muestra como rota o discontinua, los tres segmentos de cada una identificándose como A (dos segmentos) y B para mostrar la clase de máquina usada al hacer las medidas. Las porciones "A" de cada una de estas curvas se desarrollaron de datos obtenidos mediante el uso de un espectrofotómetro Carey - Modelo 14, en tanto que las porciones "B" representan los datos obtenidos usando la máquina Perkin-Elmer Modelo 21. La rotura en cada porción "A" es atribuible a un cambio en la manera de operar con la máquina Carey y de igual modo la rotura entre las porciones "A" y "B" refleja las diferencias inherentes entre las operaciones y resultados de los equipos Carey y Perkin-Elmer.

Al hacer estas pruebas entre la escala de longitudes de onda de 0,2 micrones a 0,7 micrones, se empleó un detector de sulfuro de plomo y la luz de un manantial de hidrógeno se dirigió a través de un monocromator a la muestra y a continuación al detector. Sobre la escala de 0,5 a 1,5 micrones, se usó un manantial luminoso de incandescencia y la luz se dirigió a través de la muestra, a través del monocromator y entonces al detector lo cual explica la "rotura" en la curva y los valores de transmisión diferentes obtenidos en la región de la solapadura de 0,5



a 0,7 micron.

Usando la máquina Perkin-Elmer equipada con un prisma de sal gema y un detector de termopar y con la abertura a $f=4,5$, la luz de un manantial de tungsteno se dirigió a través de un monocromator y entonces a través de la pieza de ensayo o muestra y al detector. Representa esto la práctica normal en el uso de este espectrofotómetro al hacer tales ensayos o medidas.

El espectrofotómetro Beckman DK-1 se usó igualmente de la manera acostumbrada al reunir los datos representados por las Curvas 20, 21 y 22 de la Fig. 5. Así, la luz de un manantial de tungsteno se dirigió a través de un monocromator a la muestra y de allí al detector de la máquina.

La comparación de las Figs. 4 y 5 revela que hay alguna correlación entre la transmisión en línea y la transmisión total en los nuevos cuerpos de alúmina de este invento. Esta relación parece que llega a ser más pronunciada conforme la transmisión en línea llega a ser más fuerte, particularmente en la región de las longitudes de onda más baja de 0,2 micrones a 2,7 micrones, como manifiestan las Curvas 19 y 22. De acuerdo a esto, cuando el uso a hacer de estos nuevos cuerpos requiere que su transmisión total sea tan alta como sea posible, la elección puede generalmente hacerse sobre la base de su transmisión en línea en la escala de las longitudes de onda visibles. De este modo, los datos marcados en estas dos gráficas no indican ninguna tendencia marcada de los cuerpos que son inferiores a otros en transmisión total en las longitudes de onda más cortas a llegar a ser superiores a aquellos -



otros cuando la energía radiante correspondiente es substancialmente de longitud de onda más larga. Puede notarse, -
no obstante, que la transmisión total tiende a aumentar con
los aumentos en longitud de onda de energía radiante y que
5 esta tendencia llega a ser más marcada comenzado en longi-
tudes de onda de aproximadamente 1,0 micron.

Se verá que el invento presente ha hecho posible la
producción de cuerpos de alúmina policristalina de alta -
pureza y elevada densidad que tienen un grado considera--
10 ble de transparencia y que son de aplicación particular -
en la transmisión de energía radiante que cae dentro de -
las escalas visibles e infrarroja.

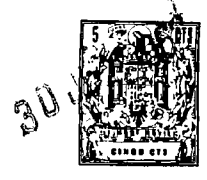
Habiendo así descrito este invento con palabras con-
cisas y exactas, completas y claras como para permitir a
15 cualquier persona experta en la técnica a que pertenece -
hacer y usar el mismo, y habiendo expuesto el mejor modo
estudiado de llevar a cabo este invento, declaro que el -
asunto expuesto el cual juzgamos que es nuestro invento -
está señalado particularmente y claramente reivindicado -
20 en lo que se reivindica, comprendiéndose que equivalentes
o modificaciones de partes, o substituciones para ellas,-
de las realizaciones específicamente descritas del inven-
to pueden hacerse sin separarse de la extensión del inven-
to como está expuesto en lo que se reivindica.

25

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se pre--
30 sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente

274976



de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Mejoras introducidas en la fabricación de cuerpos de alúmina policristalina de gran densidad, que consisten esencialmente en alúmina de alta pureza y una cantidad pequeña pero efectiva de hasta 0,5% en peso de magnesia, y preferiblemente desde 1/16 % en peso aproximadamente a 1/4 % en peso aproximadamente de magnesia, presente primordialmente como espinela de alúmina-magnesia, caracterizadas porque dichos cuerpos tienen una transmisión en línea de no menos de 0,5% por mm de espesor de dicho cuerpo de energía radiante de todas las longitudes de onda, en la gama de unas 0,3 micras a unas 6,6 micras y teniendo una transmisión en línea de no menos de 10% a alguna longitud de onda dentro de dicha gama de longitudes de onda.

10 2.- Mejoras según el punto 1, caracterizadas porque dichos cuerpos tienen una transmisión en línea de no menos de 30% en toda la gama de longitudes de onda de unas 1,9 micras a unas 6,2 micras.

20 3.- Mejoras según el punto 1, caracterizadas porque dichos cuerpos tienen una transmisión en línea de no menos de 10% a alguna longitud de onda dentro de dicha gama de longitudes de onda.

25 4.- Mejoras según el punto 3, caracterizadas porque en dicho cuerpo está presente aproximadamente 0,10% en peso de magnesia, primordialmente como la citada espinela de alúmina-magnesia.

30 5.- Mejoras según el punto 1, caracterizadas porque dichos cuerpos consisten esencialmente en alúmina de gran

274976



5 pureza, teniendo una transmisión en línea de no menos de 0,5% en peso por mm de grueso de dichos cuerpos de energía radiante de todas las longitudes de onda en la gama de -- longitudes de onda de unas 0,3 a unas 6,6 micras y tenien
do una transmisión en línea de no menos de 10% a alguna - longitud de onda dentro de dicha gama de longitudes de on da.

10 6.- Mejoras según el punto 5, caracterizadas porque dichos cuerpos tienen una transmisión en línea de no me-- nos de 30% a todas las longitudes de onda dentro de dicha gama de longitudes de onda desde aproximadamente 1,9 mi-- cras a aproximadamente 6,2 micras.

15 7.- Un método para producir un cuerpo de alúmina de gran densidad, que tiene una transparencia sustancial que comprende preparar una mezcla consistente en polvo de alúmina finamente dividido, con una cantidad pequeña pero -- efectiva de hasta 0,5% en peso de polvo de magnesia fina-- mente dividido, comprimir la mezcla para formar una pieza compacta que tiene una densidad en crudo no menor de 35%
20 de la densidad teórica de un monocristal de alúmina pura, calcinar previamente la pieza compacta en una atmósfera - oxigenada a una temperatura de unos 100° C a unos 1200° C durante no menos de una hora, y calcinar la pieza compac-- ta previamente calcinada a desde 1700° C a 1950° C aproxi--
25 madamente en un ambiente elegido del grupo consistente en vacío e hidrógeno durante un período de tiempo suficiente para producir un cuerpo que tiene una transmisión en lí-- nea de no menos de 0,5% por mm de grueso de dicho cuerpo de energía radiante de todas las longitudes de onda en la
30 gama de longitudes de onda de unas 0,3 micras a unas 6,6



micras y que tiene una transmisión en línea de no menos de 10% a alguna longitud de onda dentro de dicha gama de longitudes de onda.

5 8.- Un método según el punto 5, en el cual la pieza compacta previamente calcinada es calcinada en un ambiente de hidrógeno.

10 9.- Un método para producir un cuerpo de alúmina de alta densidad que tenga una transparencia sustancial y -- que comprende la preparación de una mezcla consistente en alúmina en polvo finamente dividido con una cantidad pe--
15 queña pero efectiva de hasta 0,5% en peso de polvo de magnesia finamente dividido, comprimir la mezcla para formar una pieza compacta de no más de unos 9,5 mm de grueso que tenga una densidad en crudo no menor que el 35% de la densidad teórica de un monocristal de alúmina pura y calci--
20 nar la pieza compacta comprimida a desde unos 1700° C a 1950° C en un ambiente seleccionado del grupo que consiste en vacío e hidrógeno durante un período de tiempo suficiente para producir un cuerpo que tenga una transmisión en línea no menor de 0,5% por mm de grueso de dicho cuerpo de energía radiante de todas las longitudes de onda en la gama de longitudes de onda de aproximadamente desde --
25 0,3 micras hasta aproximadamente 6,6 micras y teniendo -- una transmisión en línea de no menos del 10% a alguna longitud de onda dentro de dicha gama de longitudes de onda.

30 10.- Un método para producir un cuerpo de alúmina de alta densidad que tenga una transparencia sustancial, que comprende: preparar una mezcla consistente en polvo de alúmina finamente dividido, con una cantidad pequeña -- pero efectiva de hasta 0,5% en peso de polvo de magnesia

374973



3000

5 finamente dividido, comprimir la mezcla para formar una -
pieza compacta que tenga una densidad en crudo no menor -
del 35% de la densidad teórica de un monocristal de alúmi
na pura, calcinar previamente la pieza compacta en una at
10 mósfera conteniendo oxígeno a una temperatura aproximada
de 1000° C hasta 1200° C durante no menos de una hora y -
calcinar la pieza compacta previamente calcinada a unos -
1850° C hasta 1950° C en un ambiente seleccionado del gru
po que consiste en vacío e hidrógeno para producir un --
cuerpo de alúmina que tenga una transmisión en línea de -
no menos del 0,5% por mm de espesor de dicho cuerpo de --
energía radiante de todas las longitudes de onda dentro -
de la gama de longitudes de onda de desde aproximadamente
0,3 micras hasta unas 6,6 micras y que tenga una transmi-
15 sión en línea no menos del 10% en alguna longitud de onda
dentro de dicha gama de longitudes de onda.

11.- Un método para producir un cuerpo de alúmina -
según el punto 10, en el cual la pieza compacta precalci-
nada se calcina durante un tiempo no menor de 6 horas.

20 12.- Un método para producir un cuerpo de alúmina -
de alta densidad que tenga una transparencia sustancial,-
que comprende: preparar una mezcla consistente en polvo -
de alúmina finamente dividido compuesto de hasta un 70% -
en peso de partículas de 5 a 10 micras y no menos del 30%
25 en peso de partículas de tamaño submicral, introducir una
cantidad pequeña pero efectiva de hasta 0,5% en peso de -
polvo de magnesia finamente dividido, comprimir la mezcla
para formar una pieza compacta que tenga una densidad en
30 crudo no menor del 35% de la densidad teórica de un mono-
cristal de alúmina pura, precalcinar la pieza compacta en

274970



una atmósfera que contenga oxígeno a una temperatura desde
 unos 1000° C hasta unos 1200° C durante un tiempo no infe-
 rior a una hora y calcinar la pieza compacta precalcificada
 desde unos 1700° C a 1950° C en un ambiente seleccionado
 5 del grupo consistente en vacío e hidrógeno durante un --
 tiempo suficiente para producir un cuerpo que tenga una -
 transmisión en línea no menor del 0,5% por mm de espesor
 de dicho cuerpo de energía radiante en todas las longitu-
 des de onda dentro de la gama de longitudes de onda desde
 10 unas 0,3 micras hasta unas 6,6 micras y que tenga una --
 transmisión en línea no menor del 10% en alguna longitud
 de onda dentro de dicha gama de longitudes de onda.

13.- Un método para purificar un cuerpo de alúmina
 policristalina que contenga pequeños porcentajes de espi-
 15 nela de magnesia-alúmina ($MgAl_2O_4$), que comprende calen--
 tar el cuerpo de alúmina a una temperatura no menor de --
 unos 1700° C en un ambiente elegido del grupo consistente
 en hidrógeno y vacío y mantener el cuerpo a la temperatu-
 ra de purificación elegida durante un período de tiempo -
 20 que efectúa la eliminación de dicha espinela mediante el
 ambiente circundante, consistiendo el cuerpo de alúmina -
 policristalina resultante esencialmente en alúmina alta--
 mente pura, que tiene una transmisión en línea no menor -
 del 0,5% por mm de espesor de dicho cuerpo de energía ra-
 25 diante en todas las longitudes de onda dentro de la gama
 de longitud de onda desde unas 0,3 micras hasta unas 6,6
 micras y que tiene una transmisión en línea no menor de -
 aproximadamente 10% en alguna longitud de onda dentro de
 dicha gama de longitudes de onda.

30 14.- Mejoras introducidas en la fabricación de cuer

4976



274973

pos de alúmina policristalina de gran densidad.

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

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

Madrid, 30 JUN 1962

Alberto de Eizaburu
Por Poder.

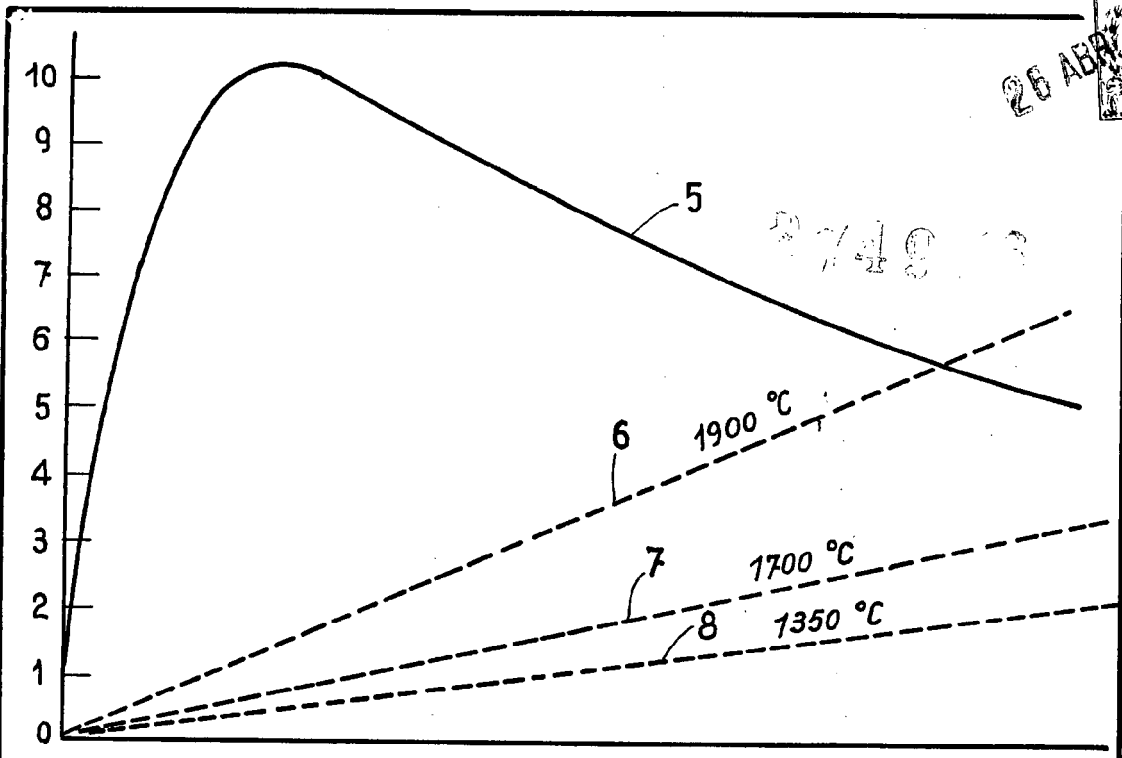


Fig: 1

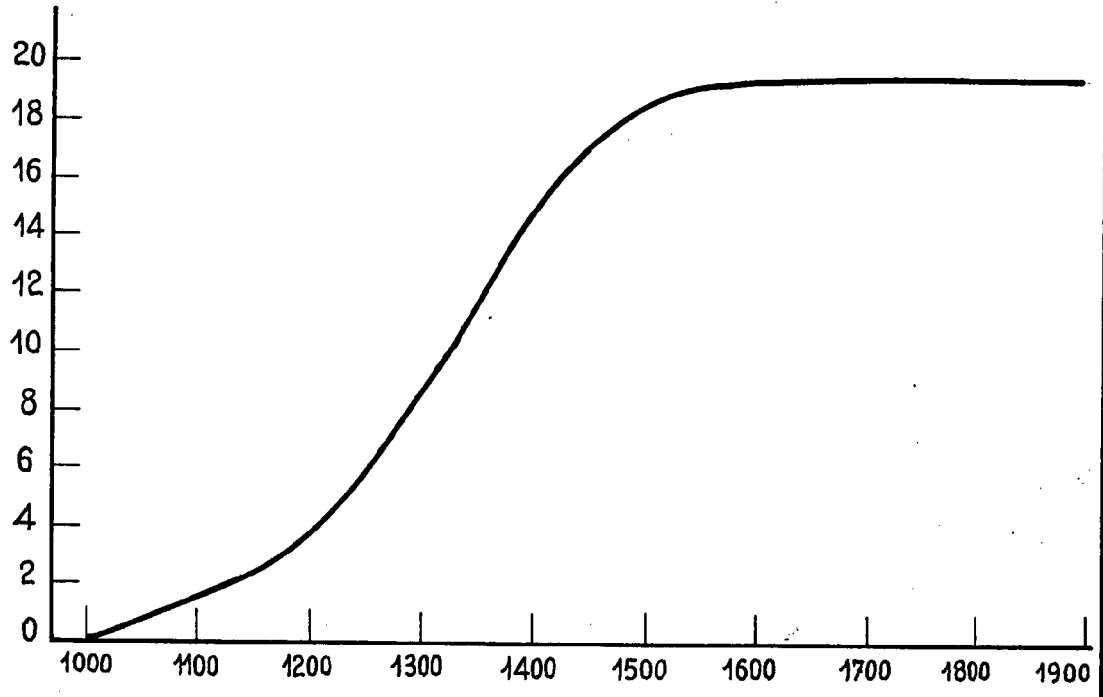
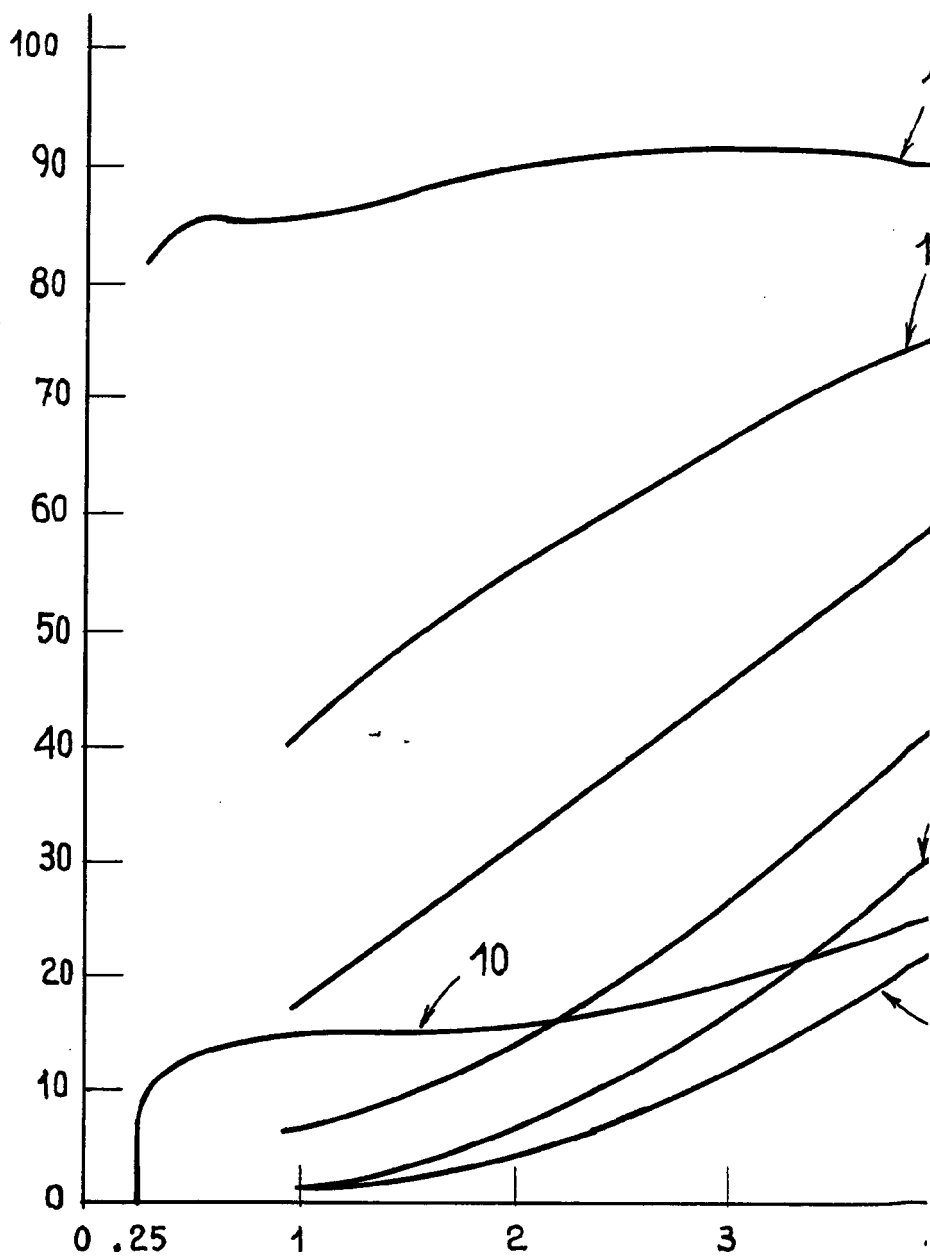


Fig: 2

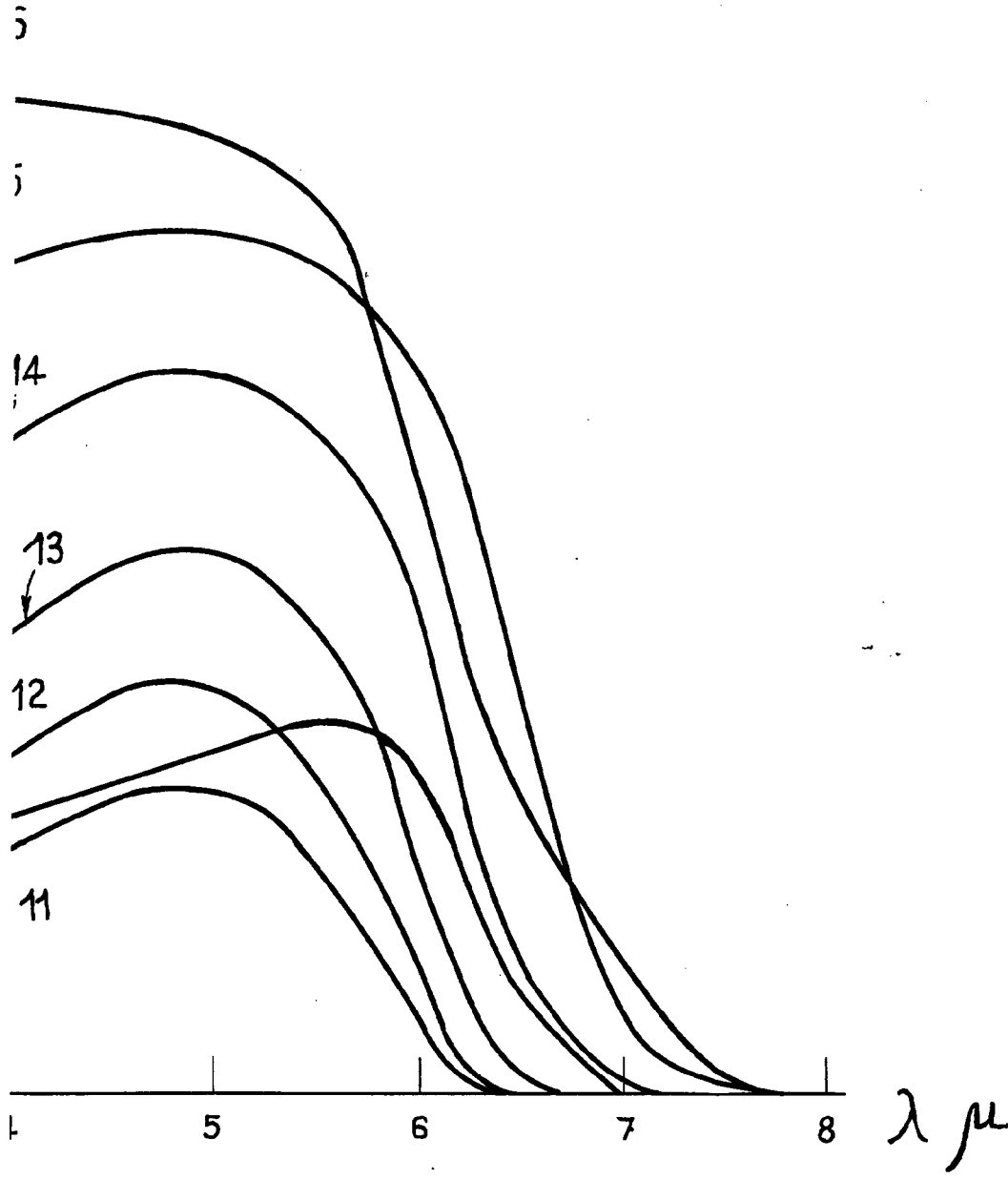
Alberto de Elzaburu
Ene Pádes

ESCALA VARIABLE COMPAR





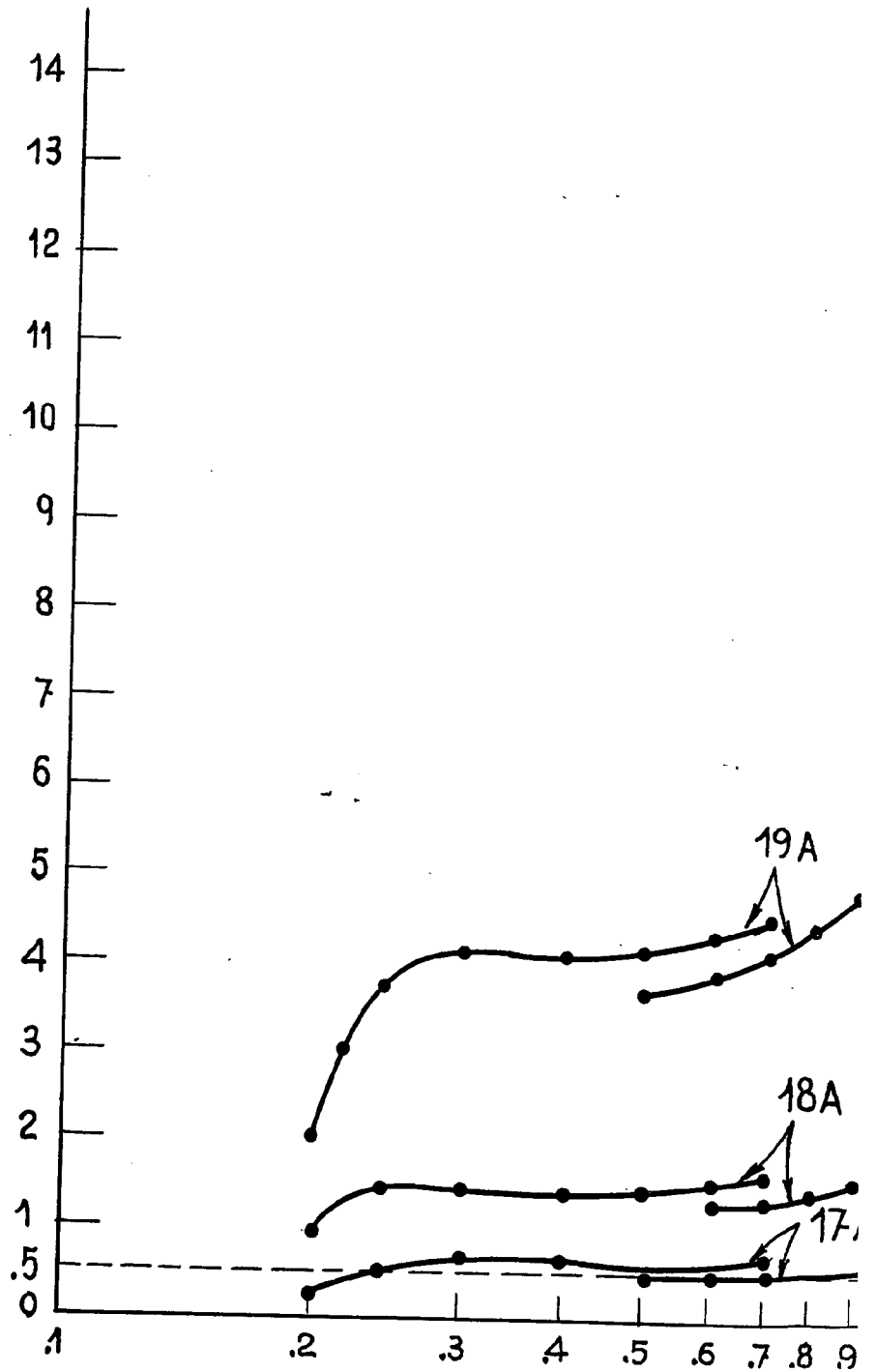
10

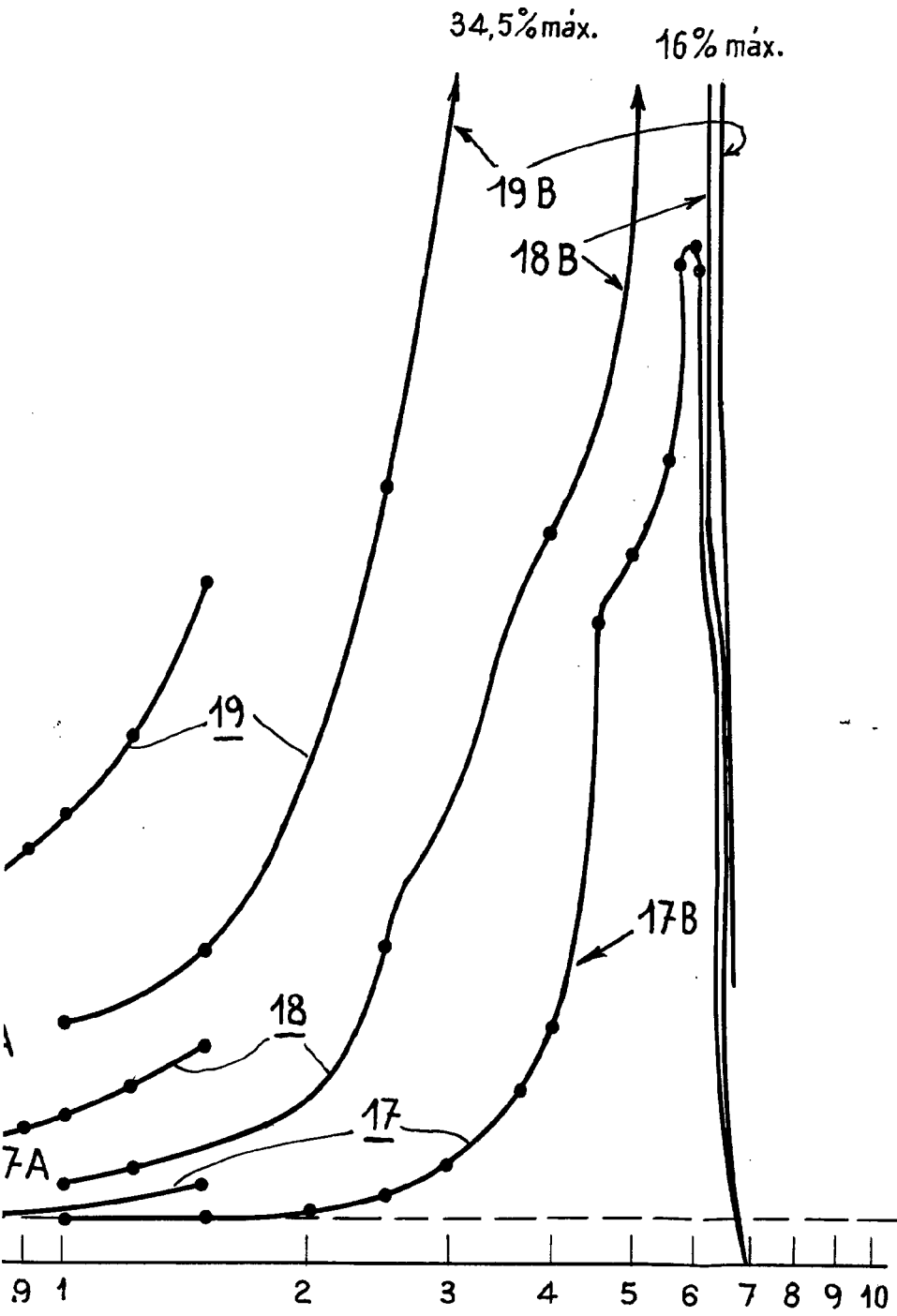
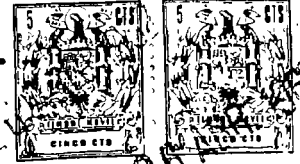


74973

Fig: 3

Alberto de Elizaburu
Por Poder



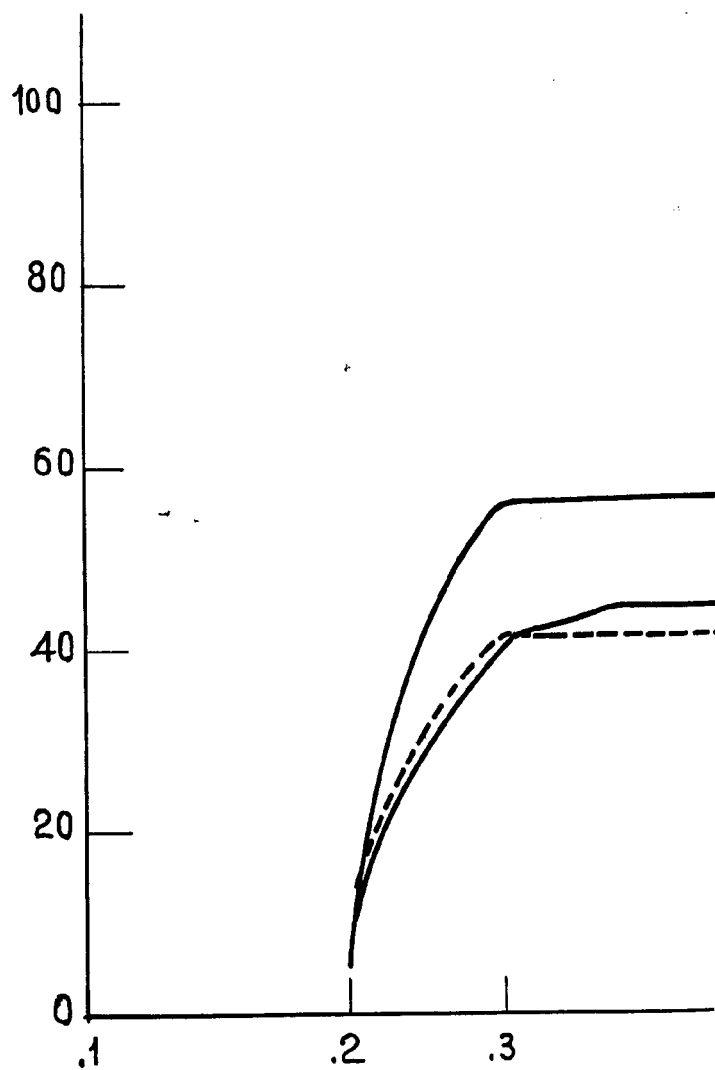


74976

$\lambda \mu$

Fig: 4

ESCALA VARIABLE COMPAGNIE





274976

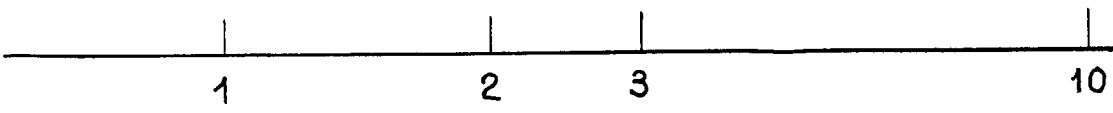
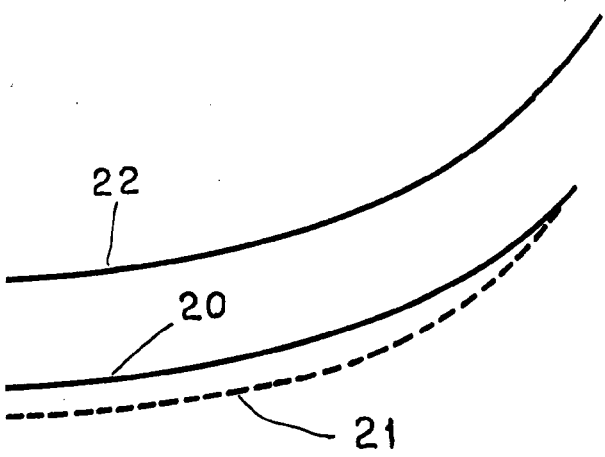


Fig: 5