



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2020 00752**

(22) Data de depozit: **19/11/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2022 BOPI nr. **5/2022**

(71) Solicitant:

- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
- DEZVOLTARE PENTRU
OPTOELECTRONICĂ - INOE 2000,
STR.ATOMIȘTILOR, NR.409, CP-OP MG 05,
MĂGURELE, IF, RO;
- INSTITUTUL NAȚIONAL PENTRU FIZICA
LASERILOR PLASMEI ȘI RADIAȚIEI -
INFLPR, STR.ATOMIȘTILOR 409,
P.O.BOX:MG-36, MĂGURELE, IF, RO;
- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
MATERIALELOR (INCFM),
STR.ATOMIȘTILOR, NR.405A, CP.MG-7,
MĂGURELE, IF, RO

(72) Inventatori:

- ELIȘA MIHAIL, ALEEA STĂNILĂ, NR.4,
BL.H11, SC.1, ET.2, AP.11, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
- IORDACHE ȘTEFAN MARIAN,
SAT COSANI, COMUNA FRANCESTI, VL,
RO;
- SAVA BOGDAN ALEXANDRU,
STR. VEDEA, NR.6, BL.86AB, SC.B, ET.3,
AP.50, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- BOROICA LUCICA, STR. POȘTAȘULUI
NR. 6, BL. 9, SC. 1, AP. 29, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
- KUNCSER VICTOR, STR.CHILIA VECHIE,
NR.7, BL.710, AP.18, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
- GÂLCĂ AURELIAN CĂTĂLIN,
STR.FLORILOR, NR.2-6, AP.P2,
MĂGURELE, IF, RO

(54) **MATERIALE VITROASE FOSFATO-TELURITICE
CU PROPRIETĂȚI MAGNETICE ȘI MAGNETO-OPTICE
PENTRU ROTATORI FARADAY ȘI PROCEDEUL
DE OBTINERE A ACESTORA**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la sticle alumino - fosfato - telurice cu conținut de oxid de litiu și dioxid de titan și respectiv oxid de zinc și la un procedeu de obținere a acestora, sticlele cu proprietăți magnetice și magneto - optice fiind utilizate ca rotatori Faraday. Sticlele conform invenției au următoarele compoziții exprimate în procente în greutate:

1) primele două tipuri de sticle au 62...63,92% grav. P_2O_5 , 2,22...8,73% grav. Li_2O , 9,06...9,90% grav. Al_2O_3 , 3,55...3,88% grav. TiO_2 și 15,49...21,25% grav. TeO_2 ;

2) al treilea tip de sticlă are 47,62% grav. P_2O_5 , 8,55% grav. Al_2O_3 , 23,77% grav. ZnO și 20,07% grav. TeO_2 , sticlele având transmisia optică cuprinsă între 2,57...5,38% la 600 nm și între 41,5...82,4% la 1700 nm, iar indicii de refracție $n_F = 1,59553...1,61519$, $n_e = 1,58852...1,60877$, $n_D = 1,58533...1,60561$, $n_C = 1,58029...1,60174$, dispersia optică cuprinsă între 0,01345...0,11524, au numărul Abbe cuprins între 38,40...45,02, sticlele având unghiul de rotație Faraday cuprins între 0,09822°...0,11554° și constanta Verdet

cuprinsă între 0,01572...0,01718 min/(Oe.cm) la lungimea de undă de 633 nm. Procedeu conform invenției constă în introducerea reactanților solizi sub formă de pulberi în soluția de H_2SO_4 , omogenizarea mecanică a amestecului rezultat și evaporat la cald, urmat de tratamentele termice de uscare și de unul preliminar topirii, tratarea termică la temperatura de topire și afinare, după care sticla obținută se fasonează prin turnare în forme preîncălzite apoi se recoace și se prelucrează optic, temperatura ridicându-se cu viteză constantă până la temperatura de topire, menținându-se un palier de temperatură constant, se aplică omogenizarea mecanică a topiturii cu viteza de amestecare constantă, se coboară constant temperatura până la temperatura de turnare și se coboară viteza de omogenizare mecanică, după care se toarnă topitura într-o formă preîncălzită la temperatura de recoacere de 400°C.

Revendicări: 13
Figuri: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



DESCRIERE INVENȚIE

Invenția se referă la produsele de tip sticle alumino-fosfato-teluritice care conțin oxid de litiu și dioxid de titan și, respectiv, oxid de zinc, utilizate ca rotatori Faraday și la procedeul de obținere a acestora. În scopul preparării acestor sticle se utilizează materii prime de tip acizi oxizi și săruri. Acestea introduc pentaoxidul de fosfor și dioxidul de telur ca formator de rețea, iar ca modificatori de rețea, oxizii de litiu, aluminiu, zinc și titan. Reactanții se introduc în cantitățile corespunzătoare compozițiilor prestabilite, adăugându-se o cantitate suplimentară în cazul oxidului de litiu și a pentaoxidului de fosfor, având în vedere evaporarea acestora, în proporție de 15 % și, respectiv, 25 %. Procedeul de preparare în soluție a sticlelor fosfato-teluritice care conțin oxizi de litiu, aluminiu, zinc și titan, constă în introducerea reactanților solizi în soluția de acid fosforic, în vederea desfășurării reacțiilor chimice și evaporarea amestecului prin încălzire, aplicându-se omogenizarea mecanică. Acest procedeu de procesare pe cale umedă a reactanților asigură o omogenitate chimică ridicată a produșilor de reacție, aceștia fiind precursori ai produșilor chimici finali din sticlă. Amestecul omogenizat și evaporat este tratat termic în vederea eliminării componentelor gazoși, apoi este topit în vederea formării structurii vitroase. Topirea amestecului de compuși chimici este însoțită de omogenizare mecanică în scopul eliminării incluziunilor gazoase și realizării unei omogenități chimice și optice ridicate a sticlelor obținute în final. Sticlele topite și omogenizate sunt răcite (fasonate) prin turnare în forme preîncălzite, apoi, sunt tratate termic (recoapte) în scopul eliminării tensiunilor mecanice care apar în procesul de turnare. Materialele vitroase sunt prelucrate optic în vederea caracterizării fizico-chimice și a utilizării acestora ca rotatori Faraday, având proprietăți magnetice și magneto-optice.

Situația actuală la nivel mondial

Materialele cristaline și vitroase cu proprietăți magnetice și magneto-optice prezintă o importanță deosebită datorită potențialului lor de aplicabilitate în măsurători laser de înaltă precizie, sisteme de afișare, etc [1, 2]. Izolatorii sau rotatorii Faraday sunt dispozitive utilizate în sistemele de comunicații optice pentru blocarea razelor laser reflectate, evitându-se, astfel, deteriorarea sistemelor optice de emisie și pentru eliminarea oscilațiilor parazite din sistemele de amplificare sau a anumitor instabilități de frecvență în diodele laser [2]. Materialele cristaline și vitroase cu proprietăți magnetice și magneto-optice intră în alcătuirea izolatorilor Faraday, determinând performanțele acestora [3]. Această utilizare implică alegerea unor materiale cristaline sau vitroase cu efecte Faraday importante și absorbție scăzută în domeniile vizibil și infraroșu apropiat [4]. Materialele cristaline de tipul granatului de fier și ytriu, $Y_3Fe_5O_{12}$ și a granatului de galii și terbiu, $Tb_3Ga_5O_{12}$, prezintă proprietăți magneto-optice, intens utilizate datorită transmisiei ridicate în domeniul infraroșu, magnetizării de saturație scăzută și a valorii ridicate a unghiului de rotație Faraday [5, 6]. Materialele fosfatice cristaline și vitroase, având proprietăți magneto-optice prezintă un interes deosebit la realizarea rotatorilor Faraday. Astfel, fosfatul de terbiu și bariu, de tip eulit, $Ba_3Tb(PO_4)_3$, obținut prin reacție în fază solidă, urmată de răcire lentă, topire și creșterea monocristalului prin tehnica Czochralski, prezintă proprietăți magneto-optice remarcabile [7]. Relativ recent, nanoparticulele cristaline dispersate în structuri vitroase, având proprietăți magneto-optice, sunt medii active utilizate în dispozitive cum ar fi senzorii de curent pe bază de fibre optice [7], izolatori optici [8], transformatoare de curent magneto-optice [9], modulatori optice [10] și detectori de câmp magnetic de înaltă sensibilitate [11]. Astfel, sunt investigate materialele vitroase fosfatice care conțin nanoparticule de Fe_2O_3 și prezintă un comportament paramagnetic [12, 13]. În cazul sticlelor de compoziție $60P_2O_5-15Li_2O-8ZnO-3B_2O_3-3.5Ga_2O_3-10.5K_2O$, constanta Verdet prezintă valori ridicate pentru 0.22, 1 and 2 % mol. Fe_2O_3

14

[12]. În cazul sticlei de compoziție molară $60\text{P}_2\text{O}_5-15\text{Li}_2\text{O}-8\text{ZnO}-3\text{B}_2\text{O}_3-3.5\text{Bi}_2\text{O}_3-10.5\text{K}_2\text{O}-1\text{Fe}_2\text{O}_3$, se constată o valoare ridicată a constantei Verdet în comparație cu sticlele care conțin cantități mai mici sau mai mari de Fe_2O_3 , în domeniul 0-2 % mol. [13].

Foarte recent, a fost raportată o sticla fosfatică cu proprietăți magnetice aparținând sistemului $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{P}_2\text{O}_5$, obținută prin metoda de coacervare, în care au fost introduse nanoparticule de Co și Pt, acoperite cu SiO_2 pentru a mări stabilitatea chimică a acestor nanostructuri [14]. Același sistem oxidic vitros obținut prin aceeași metodă de coacervare a fost investigat în vederea introducerii de nanoparticule de Fe_2O_3 acoperite cu SiO_2 [15]. Materialul vitros astfel obținut are un comportament ferromagnetic la 5 K și superparamagnetic la 300 K. Formarea legăturilor Si-O-P duce la creșterea stabilității chimice a sticlei. Influența nanoparticulelor de Fe_3O_4 asupra proprietăților magnetice în sistemul $\text{P}_2\text{O}_5-\text{ZnO}-\text{Er}_2\text{O}_3-\text{Fe}_3\text{O}_4$ a fost studiată, constatându-se un comportament ferimagnetic pentru o concentrație de maximum 2 % mol. Fe_3O_4 . Se constată un proces de transfer de energie de la ionii de Er^{3+} la nanoparticulele de Fe_3O_4 ceea ce duce la scăderea intensității emisiei ionilor de Er^{3+} . Prezența feritelor în structura sticlei este o premiză pentru îmbunătățirea proprietăților magneto-optice ale acestor sticle [16]. A fost investigată și influența nanoparticulelor de NiO asupra emisiei și proprietăților magnetice ale sticlelor din sistemul $\text{ZnO}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Sm}_2\text{O}_3-\text{NiO}$ [17]. Se constată un proces de transfer de energie de la ionii de Sm^{3+} la nanoparticulele de NiO ceea ce duce la scăderea intensității emisiei ionilor de Sm^{3+} . Se constată un comportament paramagnetic al acestor materiale vitroase, cu aplicații în domeniul magneto-opticii.

Sticlele fosfate care conțin PbO și Bi_2O_3 sunt investigate recent pentru comportamentul diamagnetic și rotația Faraday importantă. Astfel, sticla borofosfatică aparținând sistemului $45\text{PbO}-45\text{Bi}_2\text{O}_3-5\text{B}_2\text{O}_3-5\text{P}_2\text{O}_5$ prezintă un comportament diamagnetic, o rotație Faraday și duritate Vickers marite în comparație cu sticla care nu conține P_2O_5 [18]. Constanta Verdet este apropiată de cea a sticlelor diamagnetice teluritice [19]. S-a constatat că în cazul materialelor vitroase aparținând sistemului $\text{PbO}-\text{Bi}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3$, adăugarea metafosfatului de aluminiu, $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$ duce la expandarea rețelei vitroase, scăderea densității și creșterea indicelui de refracție. Se constată valori maxime ale constantei Verdet și ale figurii de merit (raportul dintre constanta Verdet și coeficientul de absorbție) pentru sticla care conține 5 % mol. $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$ [20]. Sticlele pe bază de metafosfați de Li, Ba și Al au fost recent studiate în ceea ce privește influența adaosurilor de Bi_2O_3 și PbO asupra valorii constantei Verdet. Astfel, sticlele care conțin atât Bi_2O_3 cât și PbO prezintă valori mai ridicate ale constantei Verdet față de sticlele care conțin doar unul dintre oxizii menționați [21]. De asemenea, au fost investigate sticle aluminoborofosfate care conțin ZnO, pe lângă PbO și Bi_2O_3 , în ceea ce privește proprietățile mecanice și magneto-optice [22]. S-a constatat că modulul de elasticitate și duritatea cresc prin introducerea B_2O_3 iar valorile unghiului de rotație Faraday și ale constantei Verdet sunt apropiate de cele ale sticlelor comerciale cu proprietăți magneto-optice. Introducerea nanoparticulelor de Ag și ZrO_2 în compoziția unei sticle care aparține sistemului oxidic $\text{PbO}-\text{Bi}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3$ a condus la o creștere a efectului de rezonanță plasmonică de spin, a durității, a indicelui de refracție neliniară și a constantei Verdet [23]. Cele mai bune rezultate s-au obținut pentru 3 % grav. Ag- ZrO_2 ceea ce recomandă aceste materiale vitroase pentru aplicații în optica neliniară, fonică și magneto-optică.

Introducerea NiO în compoziția sticlelor fosfate duce la o marire semnificativă a constantei Verdet. Astfel, sticlele care aparțin sistemului $60\text{P}_2\text{O}_5-15\text{Li}_2\text{O}-8\text{ZnO}-3\text{B}_2\text{O}_3-3.5\text{Bi}_2\text{O}_3-10.5\text{K}_2\text{O}$ și conțin NiO între 0-2 % mol., prezintă un caracter diamagnetic și o constanta Verdet apropiată de cea a sticlelor diamagnetice teluritice, fiind de aprox. 18 ori mai mare față de cea a sticlei fără NiO [24].

O categorie de sticle cu proprietăți magneto-optice sunt cele care conțin ioni de pământuri rare (Ce^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} , Er^{3+} , Sm^{3+}) și care prezintă comportament paramagnetic. Astfel, sticlele aparținând sistemului oxidic $\text{P}_2\text{O}_5-\text{La}_2\text{O}_3-\text{Ce}_2\text{O}_3$, prezintă transmisie ridicată în

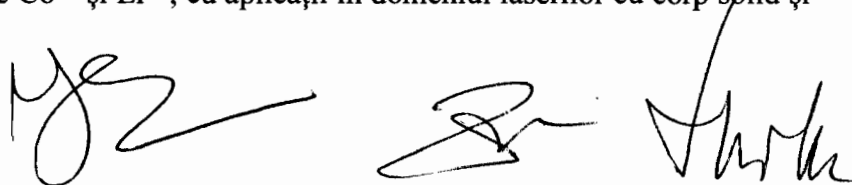
domeniul 1000-2500 nm și valori ale constantei Verdet apropiate de cele ale sticlelor tradiționale pentru maximum 25 % mol. Ce_2O_3 [25]. Materialele vitroase aparținând sistemului $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5$ care conțin Tb_2O_3 până la maximum 35 % grav., prezintă transmisie ridicată până la 1500 nm și valori ale constantei Verdet, în domeniul vizibil, apropiate de cele ale sticlelor comerciale pentru rotatori Faraday [26]. Sticlele aparținând sistemului oxidic $\text{Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-BaO-P}_2\text{O}_5\text{-Dy}_2\text{O}_3$ sunt investigate în ceea ce privește proprietățile magnetice și magneto-optice [27]. Se constată un comportament paramagnetic și o constantă Verdet în domeniul vizibil apropiată de cea a sticlelor comerciale diamagnetice.

Materialele vitroase teluritice prezintă o importanță deosebită în ceea ce privește aplicațiile lor, și anume, rotatori Faraday, traductori de câmp magnetic, detectori de câmp magnetic, etc. Astfel, este raportată realizarea unei sticle teluritice diamagnetice, cu proprietăți magneto-optice, sub formă de fibre optice, pentru senzori de câmp magnetic. Sticla care constituie miezul fibrei aparține sistemului oxidic $\text{TeO}_2\text{-PbO-B}_2\text{O}_3$ iar sticla care alcătuiește învelișul fibrei aparține sistemului oxidic $\text{TeO}_2\text{-PbO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ [28]. Valorile constantei Verdet în domeniul vizibil și ale figurii de merit recomandă utilizarea acestor fibre de sticlă pentru dispozitive magneto-optice. Relativ recent, a fost prezentată sinteza unor sticle teluritice aparținând sistemelor oxidice $\text{TeO}_2\text{-ZnO}$, $\text{TeO}_2\text{-ZnO-Na}_2\text{O}$ și $\text{TeO}_2\text{-ZnO-La}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$. Sinteza a avut loc într-o cameră etanșă de sticla silicatică și în curent de oxigen [29]. A fost măsurată variația constantei Verdet în domeniul 450-1560 nm, indicându-se utilizarea acestor sticle pentru rotatori Faraday la lungimea de undă de 1070 nm. Foarte recent, au fost publicate două lucrări științifice referitoare la proprietățile magnetice și magneto-optice ale unor sticle diamagnetice fosfato-teluritice, aparținând sistemelor compoziționale $45\text{ZnO-10Al}_2\text{O}_3\text{-40P}_2\text{O}_5\text{-5TeO}_2$ [30] și $35\text{Li}_2\text{O-10Al}_2\text{O}_3\text{-5TiO}_2\text{-45P}_2\text{O}_5\text{-5TeO}_2$ [31].

O categorie interesantă de sticle teluritice cu proprietăți magneto-optice sunt cele care conțin nanoparticule de oxizi sau elemente de tranziție/post tranziție care conferă acestor materiale vitroase un comportament paramagnetic. Astfel, este raportată o sticlă aparținând sistemului $\text{TeO}_2\text{-ZnO-Fe}_3\text{O}_4$ caracterizată printr-o stabilitate chimică mărită și magnetizare semnificativă la o concentrație de 2 % mol. Fe_3O_4 [30]. Foarte recent, se prezintă pentru prima dată o sticlă aparținând sistemului oxidic $\text{TeO}_2\text{-PbO-B}_2\text{O}_3$, dopată cu nanocristale de $\text{Bi}_{1.9}\text{Mn}_{0.1}\text{Te}_3$ [33]. Aceste nanocristale conferă stabilitate chimică, comportament diamagnetic și constanta Verdet ridicată, comparabilă cu cea a sticlelor comerciale fiind utilizabile pentru rotatori Faraday și senzori de câmp magnetic. Sticlele aparținând sistemului $\text{B}_2\text{O}_3\text{-TeO}_2\text{-PbO}$ au fost dopate cu nanoparticule de Bi, semnalându-se un comportament diamagnetic, stabilitate chimică mărită, transmisie optică în domeniul vizibil și constantă Verdet apropiată de cea a sticlelor comerciale [34]. Materialele vitroase care aparțin sistemului oxidic $\text{TeO}_2\text{-PbO-B}_2\text{O}_3$ sunt dopate cu nanoparticule de Fe_3O_4 și MoS_2 [35]. S-a constatat că în cazul unei concentrații optime de 2 % grav. $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-MoS}_2$ având comportament superparamagnetic, se obține o stabilitate termică ridicată și o constantă Verdet mărită datorită cuplajului spin-orbită și a polarizabilității de spin ridicate a particulelor de Fe_3O_4 , a diamagnetismului ionilor de Mo^{6+} și a valorii benzii interzise mici a acestor nanoparticule. A fost raportată introducerea nanoparticulelor de Fe_3O_4 în compoziția a două sticle aparținând sistemelor oxidice $\text{TeO}_2\text{-PbO-B}_2\text{O}_3$ și $\text{PbO-Bi}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$, prin metoda sputtering în plasmă de magnetron [36]. În cazul unui film de Fe_3O_4 de grosime 1-5 μm , depus prin metoda sputtering în plasma de magnetron, se obține o stabilitate termică și proprietăți magneto-optice remarcabile pentru ambele sisteme oxidice vitroase.

Proprietăți magnetice și magneto-optice importante au fost prezentate în lucrări care se referă la sticlele teluritice dopate cu ioni de pământuri rare. Astfel, introducerea de nanoparticule de Co_3O_4 , având dimensiunea de aprox. 6 nm, în sticlele aparținând sistemului oxidic $\text{B}_2\text{O}_3\text{-TeO}_2\text{-MgO-Na}_2\text{O-Er}_2\text{O}_3$, conduce la intensificarea comportamentului paramagnetic datorat ionilor de Co^{2+} și Er^{3+} , cu aplicații în domeniul laserilor cu corp solid și

12



a dispozitivelor magneto-optice [37]. De asemenea, introducerea de nanoparticule de Mn, având dimensiunea de aprox. 11 nm în compoziția unor materiale vitroase aparținând sistemului B_2O_3 - TeO_2 - MgO - Eu_2O_3 , conduce la o intensificare a emisiei în domeniul vizibil datorită transferului de energie dintre nanoparticulele de Mn și ionii de Er^{3+} [38].

- [1] K. Tsushima, N. Koshizuka, IEEE Trans. 23 (1987) 3473.
- [2] K. Tanaka, N. Tatehata, K. Fujita, K. Hirao, N. Soga, J. Phys. D Appl. Phys. 31 (1998) 2622.
- [3] M. Huang, S.Y. Zhang, H.X. Wu, Phys. Status Solidi A 163 (1997) 255.
- [4] V. Letellier, A. Seignac and A. Le Floch, J. Non-Cryst. Solids, 111 (1989) 55-62.
- [5] J. F. Dillon Jr., J. Appl. Phys. 29 (1958) 539.
- [6] E. Khazanov, N. Andreev, O. Palashov, A. Poteomkin, A. Sergeev, et al., Appl. Opt. 41 (2002) 483.
- [7] X. Chen, Z. Gong, Q. Wan, S. Wu, F. Guo, N. Zhuang, J. Chen, Opt. Mat., 44 (2015) 48–53.
- P. R. Watekar, H. Yang, S. Ju, W.T. Han, Opt. Express 17 (2009) 3158–3164.
- [8] S. Ju, S. Jeong, Y. Kim, P.R. Watekar, W.T. Han, Demonstration of all-optical fiber isolator based on a CdSe quantum dots doped optical fiber operating at 660 nm, J. Lightw. Technol. 31 (2013) 2793–2798.
- [9] R. P. Panmand, G. Kumar, S.M. Mahajan, M.V. Kulkarni, D.P. Amalnerkar, B.B. Kale, S.W. Gosavi, J. Appl. Phys. 109 (2011) 033101.
- [10] Y. A. Banakov, B.L. Scott, V. Golub, L. Kelly, V. Reddy, K.L. Stokes, J. Phys. Chem. Solids, 65 (2004) 1055.
- [11] L. Sun, S. Jiang, J. R. Marciante, Opt. Express, 18 (2010) 5412.
- [12] S. N. Garaje, S. K. Apte, G. Kumar, R. P. Panmand, S. D. Naik, S. M. Mahajan, R. Chand, B. B. Kale, Mat. Res. Bull. 48 (2013) 901–906.
- [13] J. Yu, Q. Zhang, Y. Gu, A. Lu, Ceram. Intern. 44 (2018) 1731–1736.
- [14] J. R. Orives, W. R. Viali, F. B. Destro, S. W. da Silva, S. J. L. Ribeiro, M. Nalin, J. Alloys Comp., 848 (2020) 156576.
- [15] J. R. Orives, B. P. Pichon, D. Mertz, K. Sartori, S. Begin-Colin, W. R. Vialia, et al, Ceram. Intern., 46 (2020) 12120–12127
- [16] P. Anigrahawati, M.R. Sahar, S.K. Ghoshal, Mat. Chem. Phys. 155 (2015) 155-161.
- [17] S. Amlah, M. Azmi, M. R. Sahar, J. Magn. Magn.Mat., 393 (2015) 341–346.
- [18] Q. Chen, Y. Wang, H. Wang, J. Non-Cryst. Solids, 481 (2018) 85–93.
- [19] Q. Chen, M. Zhang, H. Wang, J. Non-Cryst. Solids, 468 (2017) 58–66.
- [20] H. An, P. Qian, Y. Ye, S. Wang, J. Non-Cryst. Solids, 538 (2020) 120021.
- [21] M. Elisa, R. Iordanescu, C. Vasiliu, B. A. Sava, L. Boroica, M. Valeanu, V. Kuncser, et al, J. Non-Cryst. Solids, 465 (2017) 55–58.
- [22] B. A. Sava, L. Boroica, M. Elisa, O. Shikimaka, D. Grabco, M. Popa, Z. Barbos, et al, Ceram. Intern. 44 (2018) 6016–6025.
- [23] Y. Li, Y. Zhang, Q. Chen, J. Non-Cryst. Solids, (2020), in press
- [24] J. Yu, Y. Gu, Q. Zhang, Z. Luo, A. Lu, Mat. Lett., 212 (2018) 25–27.
- [25] A. Starobor, O. Palashov, A. Babkina, E. Kulpina, Y. Sgibnev, Y. Fedorov, et al, J. Non-Cryst. Solids, 524 (2019) 119644.
- [26] A. Babkina, E. Kulpina, Y. Sgibnev, Y. Fedorov, A. Starobor, O. Palashov, N. Nikonorov, et al, Opt. Mat. 100 (2020) 109692.
- [27] M. Elisa, R. Stefan, I. C. Vasiliu, M. I. Rusu, B. A. Sava, L. Boroica, M. Sofroniec, V. Kuncser, et al, J. Non-Cryst. Solids, 521 (2019) 119545.
- [28] Q. Chen, H. Wang, Q. Wang, Q. Chen, J. Non-Cryst. Solids, 400 (2014) 51–57.

- [29] A. I. Yakovlev, I. L. Snetkov, V.V. Dorofeev, S.E. Motorin, J. Non-Cryst. Solids, 480 (2018) 90–94.
- [30] M. Elisa, R. C. Stefan, I. C. Vasiliu, S. M. Iordache, A.-M. Iordache, B. A. Sava, L. Boroica, et al, Nanomaterials, 10 (9) (2020) 1875.
- [31] M. Elisa, L. Boroica, B. A. Sava, S. M. Iordache, A.-M. Iordache, I. C. Vasiliu, R. C. Stefan, A. C. Galca, V. Kuncser, M. Eftimie, J. Amer. Ceram. Soc., 103 (7) (2020) 3978-3990.
- [32] W. Widanarto, M. R. Sahar, S. K. Ghoshal, R. Arifin, M. S. Rohani, M. Effendi, Mat. Lett., 108 (2013) 289–292.
- [33] Q. Chen, K. Su, Z. Lia, Z. Zhao, Y. Hao, J. Non-Cryst. Solids, 543 (2020) 120092.
- [34] Q. Chen, J. Alloys Comp., 828 (2020) 154448.
- [35] Q. Chen, K. Su, M. Zhang, J. Non-Cryst. Solids, 511 (2019) 166-176.
- [36]. Q. Chen, H. Wang, S. Perero, Q. Wang, Q. Chen, J. Non-Cryst. Solids, 408 (2015) 43-50.
- [37]. N. L. A. Rodin, M. R. Sahar, F. Mohd-Noor, J. Magn. Magn. Mat., 496 (2020) 165931.
- [38] S. M. Aziz, M. R. Sahar, S. K. Ghoshal, J. Magn. Magn. Mat., 423 (2017) 98-105.

Descrierea generală a invenției

Sticlele fosfato-telurice care aparțin sistemelor compoziționale $30\text{Li}_2\text{O}-10\text{Al}_2\text{O}_3-5\text{TiO}_2-45\text{P}_2\text{O}_5-10\text{TeO}_2$ (Te-1), $25\text{Li}_2\text{O}-10\text{Al}_2\text{O}_3-5\text{TiO}_2-45\text{P}_2\text{O}_5-15\text{TeO}_2$ (Te-2) și $35\text{ZnO}-10\text{Al}_2\text{O}_3-40\text{P}_2\text{O}_5-15\text{TeO}_2$ (Te-3) au fost sintetizate printr-o metodă neconvențională de procesare pe cale umedă a amestecului de reactanți, urmată de topire, turnare și recoacere în vederea eliminării tensiunilor mecanice remanente. Reactivii chimici de puritate analitică, au fost următorii: Li_2CO_3 , Al_2O_3 , ZnO , TiO_2 , TeO_2 și H_3PO_4 (soluție de concentrație 85 %). Amestecul de reactanți este introdus în soluția de H_3PO_4 , realizându-se o omogenizare mecanică continuă care se aplică și în etapa de topire a amestecului de compuși chimici. Cantitățile de reactanți se stabilesc astfel încât în produsul vitros final să se formeze compuși chimici de tip metafosfat, adică structuri polimere alcătuite din lanțuri de tetraedre fosfat $(\text{PO}_4)^{3-}$, unite prin punți de atomi de oxigen. Atomii de oxigen care nu formează punți (ioni de O^- , nepunțați) se leagă de ionii modificatori de rețea vitroasă (litium, aluminiu). Ionii de Zn^{2+} , Ti^{4+} și Te^{4+} pot intra în alcătuirea lanțurilor fosfatice formând punți de tip P-O-Zn, P-O-Ti și P-O-Te, măbind stabilitatea chimică a acestor materiale vitroase.

Exemple de aplicare a invenției:

Exemplul 1

Compoziția inițială a sticlei alumino-fosfato-telurice care conține Li_2O și TiO_2 corespunde următoarei formule molare: $30\text{Li}_2\text{O}-10\text{Al}_2\text{O}_3-5\text{TiO}_2-45\text{P}_2\text{O}_5-10\text{TeO}_2$ (Te-1).

Ținând seamă de faptul că P_2O_5 se volatilizează în procente de aproximativ 25 % iar Li_2O în procente de aproximativ 15%, se introduce un supliment de acid fosforic și, respectiv, de Li_2CO_3 , pentru a compensa pierderile respective. În Tabelul 1 se prezintă cantitățile de materii prime utilizate pentru prepararea a aprox. 50 g de sticlă alumino-fosfato-telurică care conține Li_2O și TiO_2 (Te-1).

Tabelul 1. Cantitățile de materii prime utilizate la obținerea a aprox. 50 g sticlă alumino-fosfato-telurică care conține Li_2O și TiO_2 (Te-1).

| Materie primă | Cantitate (g)/(ml) |
|--------------------------|--------------------|
| Li_2CO_3 | 13 g |
| Al_2O_3 | 5 g |
| TiO_2 | 2 g |

| | |
|--------------------------------|-------|
| TeO ₂ | 8 g |
| H ₃ PO ₄ | 38 ml |

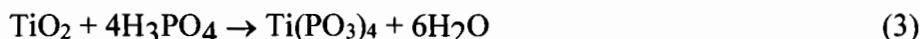
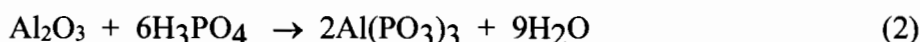
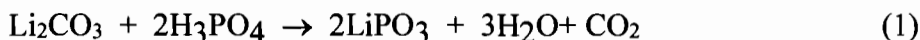
Compoziția oxidică nominală (% grav.) a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține Li₂O și TiO₂ (Te-1) este următoarea: 8.73Li₂O-9.90Al₂O₃-3.88TiO₂-62.00P₂O₅-15.49TeO₂.

Compoziția oxidică nominală corespunde amestecului inițial de reactivi care este procesat pentru a obține o sticlă alumino-fosfato-teluritică care conține Li₂O și TiO₂ (Te-1). Compoziția este calculată ținând seamă de formula molară și de reacții chimice folosiți pentru a sintetiza un material vitros cu rețea oxidică metafosfatică.

Metoda de obținere include următoarele etape:

- (i) omogenizarea și evaporarea apei din materialul brut (în creuzet de cuarț, cu agitator magnetic, pe o plită electrică, la temperatura de 180 °C, 60 min);
- (ii) uscarea la 190 °C, timp de 2 ore și la 240 °C, 2 ore, într-un cuptor electric;
- (iii) tratamentul termic preliminar topirii, la 700 °C, 3 ore;
- (iv) topirea și afinarea la 1200 °C, 30 min, într-un cuptor electric cu elemente de încălzire din superkanthal (MoSi₂);
- (v) răcirea (fasonarea) sticlei prin turnare la temperatura de 1150 °C, în forme din grafit pur, preîncălzite;
- (vi) eliminarea tensiunilor mecanice remanente din sticlă (recoacere) prin tratament termic în cuptoare electrice dotate cu elemente de încălzire din kanthal (aliaj Fe-Cr-Al);
- (vii) etapele recoacerii: palier 400 °C, 30 min; scădere temperatură: 400-350 °C cu viteza de 5 °C/h; scădere temperatură: 350-300 °C cu viteza de 10 °C/h; scădere temperatură: 300-20 °C, cu viteza de 20 °C/h.

Principalele reacții care au loc în cursul topirii sunt următoarele:



Metoda pe cale umedă de procesare a reactanților prezintă avantajul unei bune omogenizări a amestecului de reactivi chimici și permite formarea compușilor metafosfatici chiar în etapa tratamentului preliminar topirii. Acest proces reduce timpul de topire și afinare și conferă sticlelor obținute o omogenitate chimică și optică ridicată.

Creuzetul ceramic împreună cu amestecul de material tratat preliminar este introdus în cuptor unde are loc procesul de topire-formare-condiționare-afinare a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține Li₂O și TiO₂ (Te-1). Cuptorul are următoarele caracteristici tehnice:

- temperatura maximă de lucru: 1400 °C/1600 °C;
- elemente de încălzire cu rezistențe electrice de silită (SiC) sau superkanthal (MoSi₂);
- dimensiuni de 400 x 300 x 200 mm;
- sistem de control automat al temperaturii.

Sticla obținută este transparentă, de culoare brun închis, stabilă chimic și mecanic.

Exemplul 2

Compoziția inițială a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține Li₂O, TiO₂ și concentrație mărită de TeO₂, corespunde următoarei formule molare: 25Li₂O-10Al₂O₃-5TiO₂-45P₂O₅-15TeO₂ (Te-2).

Ținând seamă de faptul că P_2O_5 se volatilizează în procente de aproximativ 25 % iar Li_2O în procente de aproximativ 15%, se introduce un supliment de acid fosforic și, respectiv, de Li_2CO_3 , pentru a compensa pierderile respective. În Tabelul 2 se prezintă cantitățile de materii prime utilizate pentru prepararea a aprox. 56 g de sticlă alumino-fosfato-teluritică care conține Li_2O , TiO_2 și concentrație mărită de TeO_2 (Te-2).

Tabelul 2. Cantitățile de materii prime utilizate la obținerea a aprox. 56 g de sticlă alumino-fosfato-teluritică care conține Li_2O , TiO_2 și concentrație mărită de TeO_2 (Te-2).

| Materie primă | Cantitate (g)/(ml) |
|---------------|--------------------|
| Li_2CO_3 | 11 g |
| Al_2O_3 | 5 g |
| TiO_2 | 2 g |
| TeO_2 | 12 g |
| H_3PO_4 | 38 ml |

Compoziția oxidică nominală (% grav.) a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține Li_2O , TiO_2 și concentrație mărită de TeO_2 (Te-2) este următoarea: $2,22Li_2O-9,06Al_2O_3-3,55TiO_2-63,92P_2O_5-21,25TeO_2$.

Compoziția oxidică nominală corespunde amestecului inițial de reactivi care este procesat pentru a obține o sticlă alumino-fosfato-teluritică care conține Li_2O , TiO_2 și concentrație mărită de TeO_2 (Te-2). Compoziția este calculată ținând seamă de formula molară și de reacții chimice folosiți, pentru a sintetiza un material vitros cu rețea oxidică metafosfatică.

Etapetele metodei de obținere, reacțiile chimice care au loc în procesul de obținere a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține Li_2O , TiO_2 și concentrație mărită de TeO_2 (Te-2) precum și avantajele pe care le prezintă metoda de obținere a acestor materiale vitroase sunt identice cu cele prezentate în exemplul 1.

Creuzetul ceramic împreună cu amestecul de material tratat preliminar este introdus în cuptor unde are loc procesul de topire-formare-condiționare-afinare a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține Li_2O , TiO_2 și concentrație mărită de TeO_2 (Te-2).

Cuptorul de topire are caracteristicile tehnice identice cu cele prezentate în exemplul 1. Sticla obținută este transparentă, de culoare brun închis, stabilă chimic și mecanic.

Exemplul 3

Compoziția inițială a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține ZnO corespunde următoarei formule molare: $35ZnO-10Al_2O_3-40P_2O_5-15TeO_2$ (Te-3).

Ținând seamă de faptul că P_2O_5 se volatilizează în procente de aproximativ 25 % iar Li_2O în procente de aproximativ 15%, se introduce un supliment de acid fosforic și, respectiv, de Li_2CO_3 , pentru a compensa pierderile respective. În Tabelul 3 se prezintă cantitățile de materii prime utilizate pentru prepararea a aprox. 60 g de sticlă alumino-fosfato-teluritică care conține ZnO (Te-3).

Tabelul 3. Cantitățile de materii prime utilizate la obținerea a aprox. 60 g de sticlă alumino-fosfato-teluritică care conține ZnO (Te-3).

| Materie primă | Cantitate (g)/(ml) |
|---------------|--------------------|
| ZnO | 14 g |
| Al_2O_3 | 5 g |

7

| | |
|--------------------------------|-------|
| TeO ₂ | 12 g |
| H ₃ PO ₄ | 34 ml |

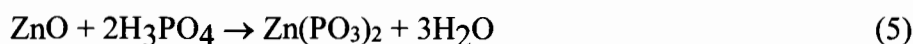
Compoziția oxidică nominală (% grav.) a sticlei alumino-fosfato-telurice care conține ZnO (Te-3) este următoarea: 23,77ZnO-8,55Al₂O₃-47,62P₂O₅-20,07TeO₂.

Compoziția oxidică nominală corespunde amestecului inițial de reactivi care este procesat pentru a obține o sticlă alumino-fosfato-telurică care conține ZnO (Te-3). Compoziția este calculată ținând seamă de formula molară și de reacții chimice folosiți, pentru a sintetiza un material vitros cu rețea oxidică metafosfatică.

Metoda de obținere include următoarele etape:

- (i) omogenizarea și evaporarea apei din materialul brut (în creuzet de cuarț, cu agitator magnetic, pe o plită electrică, încălzită până la 180 °C, 40 min);
- (ii) uscarea la 240 °C, 60 min, într-un cuptor electric;
- (iii) tratamentul termic preliminar topirii, 850 °C, 3 ore;
- (iv) topirea și afinarea la 1150 °C, 30 min, într-un cuptor electric cu elemente de încălzire din superkanthal (MoSi₂);
- (v) răcirea (fasonarea) sticlei prin turnare la temperatura de 1100 °C, în matrițe din grafit pur, preîncălzite;
- (vi) eliminarea tensiunilor mecanice remanente din sticlă (recoacerea) prin tratament termic în cuptoare electrice dotate cu elemente de încălzire din kanthal (aliaj Fe-Cr-Al);
- (vii) etapele recoacerii sunt identice cu cele prezentate în exemplul 1.

Principalele reacții care au loc în cursul topirii sunt (2), (4) și:



Avantajele pe care le prezintă metoda de obținere a sticlei alumino-fosfato-telurice care conține ZnO (Te-3) sunt identice cu cele prezentate în exemplul 1.

Creuzetul ceramic împreună cu amestecul de material tratat preliminar este introdus în cuptor unde are loc procesul de topire-formare-condiționare-afinare a sticlei alumino-fosfato-telurice care conține ZnO (Te-3).

Cuptorul de topire are caracteristicile tehnice identice cu cele prezentate în exemplul 1.

Sticla obținută este transparentă, de culoare mov roșiatică, stabilă chimic și mecanic.

Pentru a îmbunătăți omogenitatea chimică și optică a sticlelor sintetizate, a fost aplicată omogenizarea mecanică a topiturii vitrogene. Au fost efectuate cercetări pentru a se stabili tipul de aparat de acționare și agitatorul necesar omogenizării în creuzet ceramic superaluminos cu capacitate de 50 ml. Astfel, a fost utilizat un agitator ceramic, din alumina sinterizată acționat de un motor electric, prezentat în Fig.1.

Viteza de rotație a agitatorului a fost proiectată cu variație între 100 și 500 rot/min, în funcție de vâscozitatea topiturii. Tabelele 4 și 5 prezintă programul de omogenizare mecanică a topiturilor de sticlă alumino-fosfato-telurice care conțin Li₂O, TiO₂ și concentrații diferite de TeO₂ și, respectiv, a sticlei alumino-fosfato-telurice care conține ZnO.

Tabelul 4. Programul de omogenizare mecanică aplicat sticlelor alumino-fosfato-telurice care conțin Li₂O, TiO₂ și concentrații diferite de TeO₂ (Te-1 și Te-2)

| Timp [h] | Temperatură [°C] | Viteza de rotație [rot/min] | Observații |
|----------|------------------|-----------------------------|------------------------|
| 0,5 | 1200 | 250 | Temperatura de afinare |

| | | | |
|-----|-----------|-----------------------------|--|
| 0,2 | 1200-1150 | 100 | Scadere temperatură la 1150 °C |
| 0 | 1150 | Oprire omogenizare mecanică | Răcirea sticlei prin turnare și fasonare |

Tabelul 5. Programul de omogenizare mecanică aplicat sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține ZnO (Te-3)

| Timp [h] | Temperatură [°C] | Viteza de rotație [rot/min] | Observații |
|----------|------------------|-----------------------------|--|
| 0.5 | 1150 | 250 | Temperatura de afinare |
| 0.2 | 1150-1100 | 100 | Scadere temperatură la 1150 °C |
| 0 | 1100 | Oprire omogenizare mecanică | Răcirea sticlei prin turnare și fasonare |

Recoacerea probelor din sticlă a fost efectuată într-un cuptor cu rezistențe electrice din kanthal (aliaj Fe-Cr-Al). Caracteristicile tehnice ale cuptorului sunt:

- temperatura maximă de lucru: 1100 °C;
- elementele de încălzire: rezistențe electrice din kanthal;
- dimensiuni: 300 x 250 x 150 mm;
- sistem de control automat al temperaturii.

Programele de recoacere au fost proiectate în scopul evitării cristalizării sticlelor și a optimizării consumului de energie. Totodată, pentru obținerea unor probe de sticlă cu rezistență mecanică bună, s-a urmărit reducerea tensiunilor reziduale în limite satisfăcătoare și evitarea pericolului de fisurare sau spargere în timpul procesului de șlefuire și polisare.

Transmisia optica a sticlelor alumino-fosfato-teluritice care conțin Li_2O , TiO_2 , respectiv, ZnO , la lungimile de undă de 600 și 1700 nm, este prezentată în Tabelul 6.

Tabelul 6. Transmisia optica a sticlelor alumino-fosfato-teluritice care conțin Li_2O , TiO_2 , respectiv, ZnO , măsurată la 600 nm și 1700 nm

| Cod sticlă | Transmisia optică (%) | |
|------------|-----------------------|---------|
| | 600 nm | 1700 nm |
| Te-1 | 5,38 | 41,5 |
| Te-2 | 2,57 | 82,4 |
| Te-3 | 3,38 | 88,37 |

În Tabelul 7 se prezintă indicii de refracție: n_F (486 nm), n_e (546 nm), n_D (589 nm), n_C (656 nm), dispersia optică $n_F - n_C$ și numărul Abbe, $\nu_e = (n_D - 1) / (n_F - n_C)$, aparținând sticlelor alumino-fosfato-teluritice care conțin Li_2O , TiO_2 și concentrații diferite de TeO_2 și, respectiv, sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține ZnO .

Tabel 7. Valorile indicelui de refracție la diferite lungimi de undă, ale dispersiei optice și ale numărului Abbe ale sticlelor alumino-fosfato-teluritice care conțin Li_2O , TiO_2 și concentrații diferite de TeO_2 și, respectiv, a sticlei alumino-fosfato-teluritice care conține ZnO .

| Cod sticlă | n_F | n_e | n_D | n_C | $n_F - n_C$ | v_e |
|------------|---------|---------|---------|---------|-------------|-------|
| Te-1 | 1,59553 | 1,58852 | 1,58533 | 1,58029 | 0,01524 | 38,40 |
| Te-2 | 1,61519 | 1,60877 | 1,60561 | 1,60174 | 0,01345 | 45,02 |
| Te-2 | 1,60380 | 1,59791 | 1,59452 | 1,59113 | 0,01267 | 46,92 |

În Tabelul 8 se prezintă valorile unghiului de rotație Faraday, θ_F și ale constantei Verdet, V , masurate la lungimile de undă de referință, 400 nm și 633 nm.

Tabelul 8. Unghiului de rotație Faraday, θ_F și constanta Verdet, V , masurate la lungimile de undă de referință, 400 nm și 633 nm.

| Cod sticlă | Unghi de rotație Faraday, θ_F ($^\circ$) | | Constanta Verdet, V (min/(Oe·cm)) | |
|------------|---|---------|-------------------------------------|---------|
| | 400 nm | 633 nm | 400 nm | 633 nm |
| Te-1 | - | 0,09822 | - | 0,01572 |
| Te-2 | - | 0,11554 | - | 0,01718 |
| Te-3 | 0,39439 | 0,13511 | 0,05798 | 0,01994 |

În cazul sticlelor cod Te-1 și Te-2, din cauza unor variații foarte mari ale valorilor unghiului de rotație Faraday și ale constantei Verdet în jurul lungimii de undă de 400 nm, nu a fost posibilă o apreciere exactă a acestor parametri.

REVENDICĂRI

1. Sticle alumino-fosfato-teluritice (Te-1 și Te-2) **caracterizate prin aceea că** au conținut de P_2O_5 între 62...63,92 % grav., Li_2O între 2,22...8,73 % grav., Al_2O_3 între 9,06...9,90 % grav., TiO_2 între 3,55...3,88 % grav. și TeO_2 între 15,49...21,25 % grav.
2. Sticlă alumino-fosfato-teluritică (Te-3) **caracterizată prin aceea că** are un conținut de P_2O_5 de 47,62 % grav., Al_2O_3 8,55 % grav., ZnO 23,77 % grav. și TeO_2 20,07 % grav.
3. Sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicării 1, **caracterizate prin aceea că** au transmisia optică cuprinsă între 2,57 %...5,38 % la 600 nm și cuprinsă între 41,5 %...82,4 % la 1700 nm.
4. Sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicării 1, **caracterizate prin aceea că** au indicii de refracție: n_F cuprins între 1,59553...1,61519, n_e cuprins între 1,58852...1,60877, n_D cuprins între 1,58533...1,60561, n_C cuprins între 1,58029...1,60174, dispersia optică cuprinsă între 0,01345...0,01524 iar numărul Abbe cuprins între 38,40...45,02.
5. Sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicării 1, **caracterizate prin aceea că** au unghiul de rotație Faraday cuprins între 0,09822 °...0,11554 ° la lungimea de undă de 633 nm și constanta Verdet cuprinsă între 0,01572 min/(Oe·cm)... 0,01718 min/(Oe·cm) la lungimea de undă de 633 nm.
6. Sticlă alumino-fosfato-teluritică conform revendicării 2, **caracterizată prin aceea că** are transmisia optică de 3,38 % la 600 nm și 88,37 % la 1700 nm.
7. Sticlă alumino-fosfato-teluritică conform revendicării 2, **caracterizată prin aceea că** are indicii de refracție: n_F de 1,60380, n_e de 1,59791, n_D de 1,59452, n_C de 1,59113, dispersia optică de 0,01267 și numărul Abbe de 46,92.
8. Sticlă alumino-fosfato-teluritică conform revendicării 2, **caracterizată prin aceea că** are unghiul de rotație Faraday de 0,39439 ° la lungimea de undă de 400 nm și 0,13511 ° la 633 nm.
9. Sticlă alumino-fosfato-teluritică conform revendicării 2, **caracterizată prin aceea că** are constanta Verdet de 0,05798 min/(Oe·cm) la lungimea de undă de 400 nm și 0,13511 min/(Oe·cm) la 633 nm.
10. Procedeu de obținere a unor sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicărilor 1 și 2 (Te-1, Te-2 Te-3) prin care reacții solizi sub formă de pulberi sunt introduși în soluția de H_3PO_4 , amestecul rezultat este omogenizat mecanic și evaporat la cald, apoi este supus unui tratament termic de uscare și unui tratament termic preliminar topirii, după care se tratează termic la temperatura de topire și afinare, sticla obținută se fuzionează prin turnare în forme preîncălzite, apoi se recoace și se prelucrează optic, **caracterizat prin aceea că** temperatura se ridică cu o viteză constantă până la temperatura de topire, se menține un palier la temperatura de topire, se aplică omogenizarea mecanică a topiturii cu o viteză de amestecare constantă, se coboară temperatura cu o anumită viteză până la temperatura de turnare și se coboară viteza de omogenizarea mecanică, după care are loc turnarea topiturii într-o formă preîncălzită la temperatura de recoacere de 400 °C.
11. Procedeu de obținere a unor sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicării 1 și 10 (Te-1 și Te-2), **caracterizat prin aceea că** omogenizarea și evaporarea amestecului de reacții au loc la temperatura de 180 °C, timp de 60 min, uscarea are loc la temperatura de 190 °C, timp de 2 ore și la temperatura de 240 °C, timp de 2 ore, apoi tratamentul preliminar topirii la temperatura de 700 °C, timp de 3 ore, urmat de topire și afinare la temperatura de 1200 °C, timp de 30 min, după care se coboară temperatura la 1150 °C când are loc turnarea topiturii în forme preîncălzite la temperatura de recoacere de 400 °C.

12. Procedeu de obținere a unei sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicării 2 și 10 (Te-3), **caracterizat prin aceea că** omogenizarea și evaporarea amestecului de reactanți au loc la temperatura de 180 °C, timp de 40 min, uscarea are loc la temperatura de 240 °C, timp de 60 min, apoi tratamentul preliminar topirii la temperatura de 850 °C, timp de 3 ore, urmat de topire și afinare la temperatura de 1150 °C, timp de 30 min, după care se coboară temperatura la 1100 °C când are loc turnarea topiturii în forme preîncălzite la temperatura de recoacere de 400 °C.
13. Procedeu de obținere a unor sticle alumino-fosfato-teluritice conform revendicării 1, 2, 10, 11 și 12 (Te-1, Te-2 și Te-3), **caracterizat prin aceea că** recoacerea are loc astfel: palier la temperatura de 400 °C, timp de 30 min, apoi scăderea temperaturii până la 350 °C cu viteza de 5 C/h, urmată de scăderea temperaturii până la 300 °C cu viteza de 10 C/h, apoi scăderea temperaturii până la 20°C cu viteza de 20 C/h.



FIGURI EXPLICATIVE

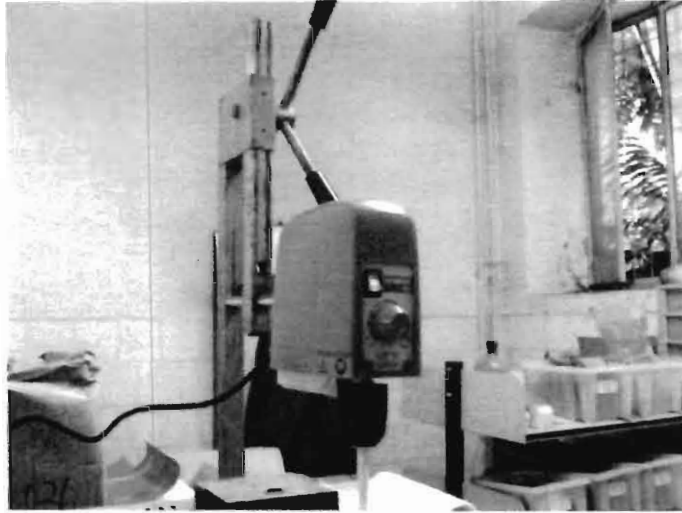


Fig. 1. Sistem de omogenizare mecanică

MS

ZR

Stok