



P. 23.753.-

PH 17448  
Spain vDo/MD

**283994**

18 ENF

MEMORIA DESCRIPTIVA

**283 994**

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS 'GLOEILAMPENFABRIEKEN', entidad holandesa, establecida en Eumasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

**"METODO DE FABRICACION DE ARTICULOS CERAMICOS"**

---

La invención se refiere a un método de fabricación de artículos cerámicos por sinterización de cuerpos preformados y a artículos cerámicos así fabricados.

5 Como es sabido, los artículos cerámicos son fabricados usualmente colocando un material de partida posiblemente pre-tratado, al que se ha agregado un agente ligante, en la forma deseada y calentando los cuerpos pre-formados así obtenidos en un horno. En la mayoría de los casos no es fácil, particularmente cuando se usan hornos comparativamente  
10 grandes, asegurar una homogeneidad de temperatura tal en el



horno que, los cuerpos contenidos en él sean calentados todos de manera igualmente interna. También a menudo ocurre una cierta dispersión en el suministro de calor a las varias partes de la superficie de uno y el mismo cuerpo, por un lado como resultado de los flujos gaseosos en el horno, por el otro lado debido a que el suministro de gas, a aquellas partes de la superficie de los cuerpos que deben ser sinterizados que están en contacto directo con la placa de calcinación o el miembro de soporte, se efectúa de una manera algo diferente a la del resto de la superficie.

Las desventajas precedentemente mencionadas no son decisivas cuando se fabrican muchos artículos cerámicos. Sin embargo, esto es completamente diferente cuando se trata de la fabricación de artículos cerámicos para aplicación electrotécnica, por ejemplo capacitores cerámicos, resistores, núcleos magnéticos e imanes. Usualmente estos deben cumplir especificaciones muy estrictas, mientras que las propiedades electrotécnicas deseadas deben ser reproducibles en alto grado y consecuentemente, deben permanecer dentro de límites de tolerancia determinados que a menudo están muy próximos uno del otro.

Para la preparación de polvos cerámicos mediante calentamiento a temperaturas de aproximadamente 900-1000°C de una mezcla granulada de las sustancias de partida, se ha usado el así llamado método de lecho fluido. En este caso el granulado en la forma de una capa ondulante de granos finos es calentado sobre una rejilla a través de la cual es soplado un gas, por ejemplo aire, en la dirección ascendente. La razón de suministro de gas naturalmente está comprendida entre límites que deben ser elegidos muy exactamente. Este mé-

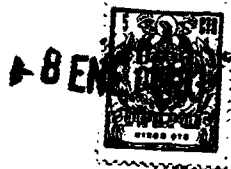


5 todo de lecho fluido garantiza un suministro de calor a los granos que deben ser calentados, que es uniforme en todos los lados, así como una eficiencia térmica elevada. Sin embargo, si se trata de aplicar este método a la fabricación de artículos cerámicos partiendo de cuerpo pre-formados, para cuyo fin en general se requieren temperaturas que son considerablemente más elevadas que 1000°C, por ejemplo de 1200 a 1500°C, se encuentra la dificultad que estos cuerpos muestran una gran tendencia a la conglomeración y/o pegarse a la pared del horno. Esta desventaja es de una naturaleza tal que hasta ahora ha impedido la aplicación práctica del método de lecho fluido a la fabricación de artículos cerámicos.

10 La invención elimina la desventaja mencionada y por lo tanto hace adecuado el método de lecho fluido para la fabricación de artículos cerámicos. De acuerdo con la invención, el lecho fluido es soportado también por un material granular que es estable a la temperatura de sinterización y que, en el lecho fluido, se comporta como una substancia inerte con respecto a los cuerpos que deben ser sinterizados y/o los artículos cerámicos resultantes, es decir, no se conglo-  
20 mera y no reacciona químicamente con el. Tal material, es por ejemplo, óxido de aluminio u óxido de zirconio, preferentemente pre-sinterizado.

25 El material granular refractario y los cuerpos que deben ser sinterizados pueden ser suministrados, si fuera deseable en conjunto al espacio del horno, pero también es posible suministrar primero una determinada cantidad de dicho material al espacio del horno y solamente después introducir  
30 los cuerpos que deben ser sinterizados, si fuera deseable

23994

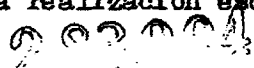


5 junto con otra cantidad del material antes citado, hacia el lecho fluido ya formado. Cuando se utiliza la invención, se evita completamente la conglomeración de los cuerpos que deben ser sinterizados y el pegado de los cuerpos que deben ser sinterizados a la pared del horno y las antes citadas ventajas del método de lecho fluido (calentamiento de mane-  
ra uniforme en todos los lados y una eficiencia térmica ele-  
vada) resultan totalmente ventajosas.

10 El método de acuerdo con la invención es particularmente adecuado para la fabricación de cuerpos cerámicos de comparativamente poco peso y dimensiones comparativamente pequeñas, por ejemplo, placas cerámicas con un grosor infe-  
rior a 100 micrones o anillos de ferrito para las así lla-  
madas "memorias magnéticas", anillos de ferrito que usual-  
mente no pesan más que unos pocos miligramos. En principio,  
15 naturalmente, también pueden ser fabricados artículos algo mayores y más pesados, siempre que la velocidad del suminis-  
tro de gas que debe mantener el lecho fluido y posiblemente el tamaño de partículas del material refractario granular,  
20 sean adaptados a ello.

Si fuera deseable, el lecho fluido puede ser pasado a otro horno u otro recipiente de reacción en que prevalece otra temperatura y/o en que la atmósfera gaseosa tiene una composición diferente a la del primer horno o el primer re-  
25 cipiente de reacción. Naturalmente esta medida también puede ser repetida.

A fin de que la invención pueda ser fácilmente llevada a la práctica, se describirán a continuación dos ejemplos de la misma más detalladamente, a título de ejemplo, con referen-  
30 cia al dibujo acompañado que muestra una realización esque-





mática de un horno de acuerdo con la invención.

**EJEMPLOS:**

5 I.- Se prepara un material de ferrito partiendo de una  
mezcla de 43 mol. % de  $Fe_2O_3$ , 52 mol. % de  $MnCO_3$  y 5 mol. %  
de  $CuO$  mediante calentamiento a una temperatura de aproxima-  
damente  $750^{\circ}C$  (así llamado precalcinado), siendo pulverizado  
el material y, después de la adición de un agente ligante,  
10 comprimido en la forma de anillos con un diámetro externo de  
1,59 mm., un diámetro interno de 0,95 mm. y un grosor de 0,37  
mm.

En el dibujo esquemático, la referencia 1 designa un  
horno que está provisto con un elemento calefactor 2. En el  
fondo, en el recipiente de reacción 3 que tiene paredes que  
15 consisten de acero refractario, es soplado aire a través de  
la cañería 4. En lugar de aire, puede soplar una mezcla  
gaseosa más o menos intensamente oxidante o aún reductora ha-  
cia el recipiente de reacción, en dependencia de la natura-  
leza de los artículos cerámicos que deben ser fabricados. Si  
20 fuera deseable también puede variarse la composición de la  
mezcla gaseosa durante el funcionamiento del horno. La sección  
inferior del recipiente de reacción está limitada por una pa-  
red adicional 5 de material refractario y por una rejilla 6.  
Esta rejilla consiste de un número de tejas colocadas unas  
25 contra otras y provistas con depresiones, tejas que están he-  
chas de material cerámico refractario. En la sección inferior  
del recipiente de reacción, que está rellena con bolillas 7  
de un material cerámico refractario, el gas soplado a través  
de la cañería 4 es calentado y distribuido uniforme sobre  
30 toda la superficie de la rejilla.

283994



Después de ajustar la temperatura en el recipiente de reacción 3 por encima de la rejilla 6 a aproximadamente 1.250°C, los granos de óxido de aluminio presinterizados son desparramados sobre la rejilla y la corriente de aire es controlada de modo que los granos sobre la rejilla permanezcan en un movimiento ondulante, en otras palabras forman un lecho fluido sobre ella. En este lecho fluido (8) son desparramados los anillos de ferrito antes mencionados, si fuera deseable junto con una cantidad de los antes mencionados granos de óxido de aluminio.

Después de algún tiempo la temperatura del lecho fluido es reducida desde aproximadamente 1250°C a aproximadamente 900°C. Después de otros pocos minutos los contenidos calientes del horno son vertidos en una cubeta de acero en la que se dejan enfriar completamente. Después que los anillos de ferrito sinterizados han sido enfriados a la temperatura ambiente, ellos pueden ser separados fácilmente del óxido de aluminio mediante un imán. Ellos tiene un lazo de histéresis substancialmente rectangular y son adecuados para ser usados en memorias magnéticas.

II.- De un producto, obtenido pre-calcinando una mezcla de 44,6 mol. % de  $\text{BaCO}_3$ , 28 mol. % de  $\text{CaSO}_4$ , 43,1 mol. % de  $\text{TiO}_2$  y 9,6 mol. % de  $\text{ZrO}$ , seguido por molido, son comprimidas placas, después de la adición de un agente ligante, con un diámetro de 10 mm. y un grosor de 200 micrones. Estas placas, junto con una cantidad de óxido de aluminio granular como se ha establecido en el Ejemplo I, son desparramadas sobre la rejilla del horno descrito en el Ejemplo I. Se forma un lecho fluido sobre esta rejilla bajo la influencia de una corriente de aire ascendente, siendo ajustada la temperatu-



ra del lecho fluido a aproximadamente 1360°C.

Después de algunos minutos, los contenidos del horno son vertidos en una cubeta de acero. Las placas sinterizadas son separadas del óxido de aluminio mediante un tamiz.

5           Ellas pueden ser usadas como dielectrico en capacitores.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 10 de Enero de 1962, bajo el número 273.415, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- N O T A -

15           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 siguientes:

1º.- Método de fabricación de artículos cerámicos sinterizando cuerpos preformados, caracterizado porque la sinterización es realizada en un así llamado lecho fluido que es soportado también por un material granular que es estable a la temperatura de sinterización, comportándose dicho material en el lecho fluido como una substancia inerte con respecto a los cuerpos que deben ser sinterizados y/o los artículos cerámicos resultantes.

20

25

2º.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el material granular consiste en óxido de aluminio.

3º.- Método de fabricación de artículos cerámicos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,

30



representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

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

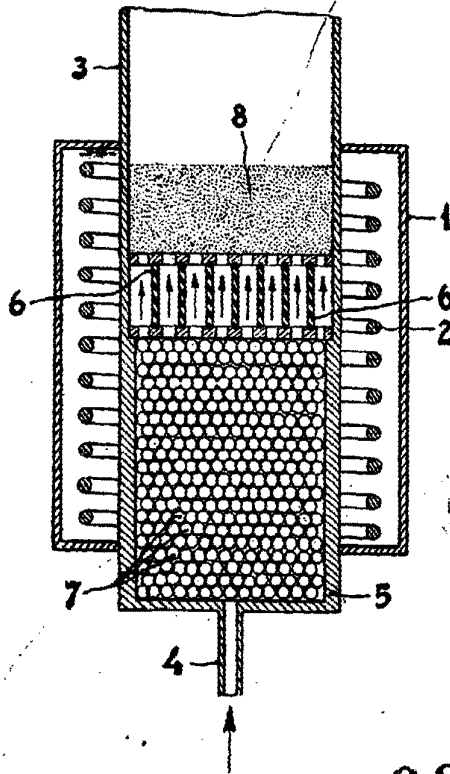
Madrid,

8 EN 1963

P.A.

Alfredo de Eizabara  
Por Foda.

283994



283994

*Handwritten signature*  
N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken  
Eindhoven