

357 221

-5



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: DRESSER INDUSTRIES, INC.

Residencia: Two Gateway Center, PITTSBURGH,  
Pennsylvania 15222, Estados Unidos.

Enunciado: "UN METODO PARA IMPREGNAR OBJETOS  
DE CERAMICA POROSOS, CON PARTICULAS  
NO COLOIDALES DE CERAMICA".

Prioridad: de la solicitud de patente estado-  
unidense No. 679.191 del 30 de octu  
bre de 1967.



Impregnacion de las cerámicas porosas con sólidos  
no coloidales

Resumen del invento

La impregnación de objetos de cerámica porosa con partículas no coloidales de cerámica, consiste en preparar una suspensión en un fluido portador de partículas de cerámica no coloidales, en sumergir los objetos de cerámica en el lodo, en mantener estos objetos separados los unos de los otros, y en agitar el lodo durante un tiempo suficiente para impregnar por lo menos una parte de los objetos de cerámica.

ANTECEDENTES

La mayoría de los objetos sinterizados o a base de aglomerado de cerámica que no incluyen una cantidad sustancial de fase vidriosa son porosos. Su porosidad está incluida típicamente entre 10 y 30%. La naturaleza de la porosidad varía mucho, según el óxido o los óxidos de cerámica particulares con los cuales los objetos están fabricados. La naturaleza de la porosidad depende también de la distribución de los tamaños de partículas de la materia prima utilizada en la fabricación. Por ejemplo, la mayor parte de los poros abiertos y unidos de los ladrillos superrefractarios de silicio tienen un tamaño mínimo de 9 a 45 micrones aproximadamente, los poros de los ladrillos refractarios están incluidos entre 9 y 100micrones aproximadamente, los poros de los ladrillos de magnesita entre 9 y 45 micrones y los poros de los ladrillos de circonio están incluidos entre 4 y 15 micrones aproximadamente. Los poros de los ladrillos de circonio son notablemente menores que los de los demás ladrillos.



1        Esto se debe a que los ladrillos de circonio se pre  
paran generalmente en tandas que tienen una distri-  
bución de partículas de pequeño tamaño.

5        Se admite generalmente que los ladrillos u obje  
tos de cerámica, ven su calidad mejorada cuando se  
reduce su porosidad. La razón de ello es que su fuer  
za aumenta, bien debido al aumento de su sección  
transversal eficaz, o por la eliminación de fuentes  
de producción de esfuerzos alrededor de los poros de  
10       grandes dimensiones. Además, puesto que la mayoría  
de las cerámicas utilizadas en la industria se usan  
en unión con un proceso químico o metalúrgico, deben  
tener una aptitud particular para aguantar los ata  
ques químicos por reacción, corrosión o erosión. Es  
15       ta resistencia se aumenta reduciendo la porosidad  
de los refractarios. A veces, es tan sólo necesario  
reducir la porosidad de la superficie de un refrac  
tario para aumentar sustancialmente su resistencia  
a los ataques químicos o debidos a las escorias.

20       Las técnicas para reducir la porosidad de los  
refractarios incluyen su impregnación con breas, so  
luciones de sales o suspensiones coloidales. La im  
pregnación con breas es muy satisfactoria cuando se  
quiere llenar los poros con carbono. Las breas pue  
den hacerse penetrar muy fácilmente en la mayoría de  
25       los refractarios, evacuando en primer lugar el aire  
contenido en los poros, aplicándoles un vacío e im  
pregnándolos, a continuación, bajo presión, con brea  
calentada para que esté líquida. Las soluciones, por  
30       ejemplo las de cromato de sodio o de ácido crómico,



1 pueden ser utilizadas para impregnar los objetos de  
cerámica. Esta impregnación puede realizarse por la  
técnica de vacío y presión descrita para las breas.  
En general, esta técnica no es satisfactoria, porque  
5 las etapas de impregnación y de secado deben ser re-  
petidas numerosas veces para que se deposite una  
cantidad sustancial de material de impregnación. Las  
suspensiones coloidales son algo más satisfactorias,  
véase por ejemplo, la Patente de Estados Unidos -  
10 Nº 3.236.665, la cual enseña la impregnación de la-  
drillos de silicio con una solución coloidal de síli-  
ce. Las soluciones coloidales pueden ser utilizadas  
para impregnar cerámicas por el método de vacío y  
presión. Desafortunadamente, las soluciones coloida-  
15 les son muy caras de preparar, y no se obtienen fa-  
cilmente. (En general, las dimensiones de las partí-  
culas de cerámica varían entre 10 y 1.000 angstroms).

Existen, sin embargo, un gran número de óxidos  
de cerámica disponibles bajo la forma de partículas  
20 separadas incluídas entre 0,1 micron y, aproximada-  
mente, 5 micrones. Los artículos de cerámica no pue-  
den ser impregnados con suspensiones preparadas a  
partir de estas partículas por la técnica de vacío  
y presión. Las partículas se reúnen principalmente  
25 en la superficie del objeto refractario, cuando se  
intenta realizar una impregnación por presión. El  
objeto parece actuar como un tamiz y sus poros se  
ciegan. Hemos descubierto un método para impregnar  
artículos refractarios con partículas cerámicas no  
30 coloidales.



1

BREVE DESCRIPCION DEL INVENTO

Según el presente invento, los objetos de cerámica con estructura interior de poros interconectados, se impregnan con unas partículas de cerámica no coloidales finamente divididas y dispersadas, preparando en primer lugar una suspensión de partículas no coloidales, sumergiendo en segundo lugar el objeto de cerámica en la suspensión; y, en tercer lugar, agitando o vibrando la suspensión durante un período de tiempo suficiente para impregnar, por lo menos una parte de los objetos de cerámica. De una manera típica, las partículas no coloidales de cerámica tienen un tamaño incluido en la gama de 0,1 a 5 micrones, aproximadamente. Preferentemente, el tamaño de los artículos ha de ser incluido entre 0,5 y 2,5 micrones. La suspensión se prepara, por ejemplo, mezclando las partículas con 50 a 90 por ciento de un fluido portador adecuado. Un fluido portador conveniente, fácilmente disponible, es el agua. Sin embargo, cuando se impregna ciertos refractarios que tienen una tendencia a hidratarse, es preferible utilizar un líquido orgánico, por ejemplo el alcohol.

Se ha comprobado que era conveniente preparar el lodo utilizando un agente dispersante apropiado a la vez para las partículas de cerámica y el fluido portador. La agitación o la vibración puede ser aplicada por numerosos procedimientos, por ejemplo, mecánicamente. La frecuencia de la vibración puede estar incluida entre 20 ciclos por segundo, aproximadamente, y las vibraciones ultrasónicas en la ga-



1 ma de los 40 kc /sec. La amplitud de la vibración es  
tá usualmente limitada por el equipo y la frecuencia.  
(En términos generales, la amplitud es inferior a  
1 cm). Sin embargo, se ha comprobado que para una  
5 frecuencia dada, conviene utilizar la amplitud la más  
importante posible).

#### DESCRIPCION DETALLADA

10 Otras características y ventajas del invento  
aparecerán a los peritos en la materia, mediante un  
estudio cuidadoso de la descripción adjunta. En la  
descripción que sigue y en las reivindicaciones, to  
dos los porcentajes, las relaciones, y las partes  
están indicadas en peso.

#### Ejemplo I

15 En este ejemplo como en los siguientes, unos  
pequeños discos de circonio de, aproximadamente  
68,5 mm de diámetro (2,5 pulgadas), y de 25 mm de  
espesor (1 pulgada) han sido impregnados con partí-  
culas no coloidales de cerámica. La eficacia de es-  
20 ta técnica ha sido medida pesando los discos de zir-  
conio antes y después de la impregnación. El peso -  
después de la impregnación, ha sido determinado una  
vez que todo el fluido portador haya sido eliminado  
por secado. Se ha elegido el circonio porque tiene  
25 una distribución de tamaño de poros sustancialmente  
más pequeños que la mayoría de los objetos refracta-  
rios y ha sido considerado por consiguiente, como  
más difícil de impregnar.

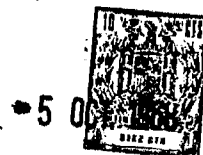
30 Una suspensión a 20% de óxido crómico, tipo pig-  
mento, ha sido preparada mezclando el óxido crómico



1 con agua. Las dimensiones de las partículas de óxi  
do crómico estaban incluidas en la gama de 0,5 a  
1,5 micrones aproximadamente. La mezcla ha sido fa  
cilitada por la adición de 0,8% de dispersante a  
5 base de fosfato de sodio, vendido bajo la marca co  
mercial DARVAN 7 por la R.T. Vanderbilt & Company ,  
New York, N.Y. Después que la suspensión haya sido  
preparada, el disco de circonio se sumergió en la  
suspensión y ésta fué vibrada a 60 ciclos por segun  
10 do durante 30 minutos. Se depositaron 2,06 gramos  
de óxido crómico, tipo pigmento, en los poros del  
objeto de zirconio. Esta es la mejor manera actual  
mente conocida para llevar a la práctica el invento.  
La superficie importante de los discos estaba situa  
15 da perpendicularmente a la dirección de la vibración  
durante ésta. Estas superficies han sido sustancial  
mente más penetradas por el óxido crómico, que las  
demás superficies. Por este motivo, se cree que pa  
ra obtener los resultados óptimos, la vibración ha  
20 de ser dirigida perpendicularmente a las superficies  
que han de ser impregnadas.

EJEMPLO II

El ejemplo II se llevó a cabo de la misma  
manera que el Ejemplo I, salvo que la amplitud de  
25 la vibración fué reducida en un 10% aproximadamente.  
En este ejemplo, 1,74 gramos de óxido crómico, se  
depositaron en los poros del objeto de zirconio, lo  
que indica la conveniencia de aumentar la amplitud.



1

Ejemplo III

El Ejemplo III ha sido preparado de la misma manera que el Ejemplo II, salvo que no se utilizó agente de suspensión en la preparación de la suspensión. Se depositaron tan sólo 0,08 gramos de óxido crómico en la pieza de circonio, lo que demuestra la importancia esencial de preparar una suspensión bien dispersa.

5

Ejemplo IV

El Ejemplo IV ha sido preparado de la misma manera que el Ejemplo III, salvo que se preparó la suspensión tan sólo con 10% de óxido crómico. Se depositaron 0,65 gramos de óxido crómico, en el disco de circonio. Existe la creencia de que la suspensión ha de contener tantas partículas sólidas no coloidales como puedan existir en la suspensión, sin que se produzca unos sedimentos en ella.

10

15

Ejemplo V

En los Ejemplos I a IV, el tamaño de las partículas del óxido crómico estaba incluido entre 0,5 y 1,5 micrones. En el presente ejemplo, el tamaño de las partículas de óxido crómico está incluido entre 0,1 y 0,5 micrones. Se preparó una suspensión al 10%, como en el último Ejemplo, con la utilización del agente de dispersión DARVAN 7. Se depositaron tan sólo 0,15 gramos de óxido crómico en la pieza de prueba de circonio. No se entiende completamente por qué el tamaño más pequeño de las partículas del óxido crómico utilizado en este ejemplo, inhibió la impregnación. Sin embargo, se cree que la mayor superficie

20

25

30



1 del óxido crómico más fino, dificulta la dispersión de  
 las partículas. Se observó una aglomeración del óxido  
 crómico.

5 Aunque en las mezclas de los ejemplos se haya  
 utilizado tan sólo óxido crómico, el invento no queda li  
 mitado a la impregnación con óxido crómico. Se utilizó  
 principalmente porque tiene un color verde oscuro que  
 permite una observación visual de la profundidad de im  
 pregnación en los objetos de circonio. El óxido fino ha  
 10 de ser elegido de forma que sea químicamente compatible  
 con los óxidos que se impregnan y con las escorias que  
 pueden entrar en contacto con el refractario impregnado,  
 cuando está en servicio. La tabla siguiente contiene  
 una descripción de unas partículas finas no coloidales  
 15 adecuadas, según el invento, para un cierto número de  
 refractarios.

Tabla I

<u>Material</u>	<u>Composición</u>	<u>Tamaño medio de partículas.</u>
Sílice volatilizado: <sup>1</sup>	SiO <sub>2</sub>	0,3 micrón aprox.
20 Oxido crómico Pigmento: <sup>2</sup>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 micrón aprox.
Micria AL: <sup>3</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,5 micrones apx.
Micria 2R: <sup>3</sup>	ZrO <sub>2</sub>	2,5 micrones apx.
Alumina A-2: <sup>4</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 micrón aprox.
Titanox AWD: <sup>5</sup>	TiO <sub>2</sub>	1 micrón aprox.

25 1.- Manufacturado por Unión Carbide Co.

2.- Manufacturado por Hercules Powder Co.

3.- Manufacturado por Monsanto Chemical Co.

4.- Manufacturado por Alcoa.

30 5.- Manufacturado por Titanium Alloy and Minerals Corp.



1            La agitación o vibración necesaria para ob-  
tener la impregnación, se hace preferentemente a 60  
ciclos/seg. Hemos comprobado, sin embargo, que una  
vibración de ultrasonidos en la gama de 40 kcs, es  
5            igualmente satisfactoria.

Después de haber descrito el invento con de-  
talles, y con una precisión suficiente para que los  
peritos en la materia puedan llevarla a la práctica,  
se indica en las siguientes reivindicaciones lo que  
10           se desea que esté protegido por la patente.

En resumen la Patente de invención que se so-  
licita, deberá recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

- 15           1.- Un método para impregnar objetos de cerámica po-  
rosos, con partículas no coloidales de cerámica,  
cuyo método incluye las etapas que consisten en:
- a) preparar una suspensión dispersa en un  
fluido portador de partículas no coloida-  
les de cerámica,
  - 20           b) sumergir los objetos de cerámica en dicha  
suspensión,
  - c) agitar dicha suspensión durante un perio-  
do de tiempo suficiente para impregnar por  
lo menos una parte de dichos objetos de ce-  
25           rámica, y
  - d) sacar el fluido portador de los objetos de  
cerámica.
- 30           2.- Un método según la reivindicación 1, caracteriza-  
do porque los objetos de cerámica tienen unos po-  
ros con diámetros sustancialmente incluidos entre 5



- 1           , y 100 micrones.
- 3.- El método según la reivindicación 1, caracteri-  
zado porque el tamaño de las partículas no coloi-  
dales está incluido entre 0,1 y 5 micrones.
- 5           4.- Un método según la reivindicación 1, caracteri-  
zado porque la suspensión está preparada con la  
ayuda de un agente dispersante.
- 5.- Un método según la reivindicación 1, caracteri-  
zado porque la agitación es una vibración en la
- 10           gama de 20 cs a 40 kcs, aproximadamente.
- 6.- Un método según la reivindicación 1, caracteri-  
zado porque el tamaño de las partículas no coloi-  
dales está incluido en la gama de 0,5 y 2,5 micrones.
- 6.- Se reivindica por último como objeto sobre el que
- 15           ha de recaer la Patente de Invención que se soli-  
cita: "UN METODO PARA IMPREGNAR OBJETOS DE CERAMICA  
POROSOS, CON PARTICULAS NO COLOIDALES DE CERAMICA".
- Todo conforme queda descrito y reivindicado  
en la presente Memoria descriptiva, que consta de -  
once páginas mecanografiadas.

Madrid, 5 de octubre 1968

BERNARDO UNGRIA

p.p.