

384756 21



384756

Stamp with handwritten text: "E03" and "B".

MEMORIA DESCRIPTIVA.

PATENTE DE INVENCION.

PAIS : ESPAÑA.

DURACION : 20 AÑOS.

OBJETO : "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PIEZAS "DE ALUMINA TRANSPARENTE".

A nombre de : COMPAGNIE GENERALE D'ELECTRO-CERAMIQUE
Residente en : PARIS (Francia), 12 rue de la Baume.
Nacionalidad : FRANCESA.

21 OCT 1970



384756

El presente invento concierne a un procedimiento de fabricación de piezas de alúmina transparente, por fritado de piezas moldeadas a partir de un polvo de alúmina adicionado con una pequeña proporción de magnesia o de una sal de magnesio descomponible por calentamiento con formación de magnesia, que comprende un fritado preliminar en atmósfera oxidante a una temperatura superior a 700^o C, seguido de un fritado final a una temperatura superior a 1700^o C en medio no oxidante.

- 5.-
- 10.- Se han preparado ya piezas de alúmina transparente en el espectro visible y en el infrarrojo próximo, por un procedimiento de este género, en el que las piezas moldeadas, de alúmina adicionada con 1/16 a 1/2% de magnesia, eran sometidas a un fritado preliminar entre 1000 y 1200^o C,
- 15.- luego a un fritado final entre 1800 y 1950^o C en atmósfera de hidrógeno o en vacío, siendo el fritado preliminar omitido a veces. Tales procedimientos necesitan una vigilancia atenta con vistas a evitar cualquier fuga de aire ambiente hacia la atmósfera de hidrógeno del horno o recíprocamente, o bombas de vacío y dispositivos especiales a
- 20.- la entrada y a la salida del horno para asegurar allí el mantenimiento de un vacío suficiente.

El procedimiento del invento permite evitar los inconvenientes anteriores, y asegurar la fabricación de piezas de alúmina transparente de densidad próxima a la del

25.-



monocristal de corindón por un fritado en atmósfera que no presenta riesgos serios de explosión y de incendio, no necesitando siempre el mantenimiento del horno de fritado bajo vacío, con los dispositivos especiales que este exige.

30.- Está caracterizado porque el fritado final es efectuado en atmósfera de óxido de carbono, eventualmente adicionada con un gas inerte.

Puede incluir además una de las características siguientes:

35.- - el fritado preliminar se efectúa a una temperatura comprendida entre 1300 y 1400^o C.

- el fritado final se efectúa a una presión parcial de óxido de carbono de aproximadamente 670 milibares, de preferencia a aproximadamente 1850^o C durante aproximadamente

40.- 5 horas.

Se parte de preferencia de una alúmina en polvo fino muy pura, con 99,9% al menos de alúmina-alfa, a la que se añade 0,02 a 0,6% en peso de magnesia calcinada, bien directamente, bien en forma de una sal de magnesio que se

45.- descompone en el curso del fritado preliminar con formación de magnesia, por ejemplo carbonato de magnesio, cloruro de magnesio, etc.

La mezcla es granulada a continuación con introducción de un aglutinante orgánico, estearato de glicol por ejemplo. El grano así obtenido es conformado por cualquier procedimiento cerámico apropiado, prensado isostático por ejemplo.

50.- El aglutinante contenido en las piezas prensadas es eliminado por un prefritado en atmósfera oxidante a una temperatura superior a 700^o C y que alcanza de preferencia

55.-



1300^o C, de manera que después del prefritado, las piezas tengan una resistencia mecánica suficiente para permitir las manipulaciones o los mecanizados necesarios.

60.- Después de esta cocción de depuración, las piezas son sometidas a un fritado final hasta una temperatura superior a 1700^o C en que son mantenidas durante un periodo de algunas horas en atmósfera de CO a una presión superior o igual a 670 milibares. El horno es purgado de cualquier otro gas que no sea el gas inerte y CO que constituyen la atmósfera.

65.- Se describe en lo que sigue, a título de ejemplo, una preparación de muestras de alúmina fritado transparente conforme al invento.

70.- A partir de una mezcla de alúmina α y de una adición de 0,06% de MgO, se ha fabricado un grano de prensado por adición a la mezcla precitada de 8% (en peso de mezcla) de un aglutinante de estearato de glicol.

El grano ha sido prensado en forma de plaquetas de 1,5 mm de espesor con una densidad en crudo de 2,2.

75.- Las piezas prensadas han sido depuradas por un prefritado en atmósfera oxidante (aire) a 1350^o C. Después de esta operación, las piezas han sido fritadas hasta 1850^o C con una etapa estable de 5 horas a esta temperatura en un horno que tiene una atmósfera de CO a una presión de 670 milibares.

80.- Se han obtenido así piezas transparentes que tienen una densidad del orden de 3,98 a 3,99, densidad próxima a la densidad teórica (la del monocristal).

85.- Aunque el modo operatorio antes descrito parezca preferible para la fabricación de piezas de transparencia



- elevada, se comprenderá que pueden serle introducidas diversas modificaciones sin salir del marco del invento. Se puede efectuar el fritado preliminar en atmósfera enriquecida en oxígeno con relación al aire. Se puede añadir al
- 90.- óxido de carbono un gas inerte tal como el argón para obtener una mezcla gaseosa de presión igual o superior a la presión atmosférica. Los fritados preliminar y final pueden efectuarse a temperatura más baja o más elevada, compensando la variación de este factor por una duración de la operación
- 95.- ración más larga o más corta.

N O T A.-

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

- 100.- 1º.- Procedimiento de fabricación de piezas de alúmina transparente, por fritado de piezas moldeadas a partir de un polvo de alúmina adicionado con una pequeña proporción de magnesia o de una sal de magnesio descomponible por calentamiento con formación de magnesia, que incluye un
- 105.- fritado preliminar en atmósfera oxidante a una temperatura superior a 700º C, seguido de un fritado final a una temperatura superior a 1700º C, en medio no oxidante, caracterizado porque el fritado final se efectúa en atmósfera de óxido de carbono, eventualmente adicionada con un gas inerte.
- 110.- 2º.- Procedimiento según el punto 1º, caracterizado porque el fritado preliminar se efectúa a una temperatura comprendida entre 1300º C y 1400º C aproximadamente.
- 3º.- Procedimiento según los puntos 1º o 2º, caracterizado porque el fritado final se efectúa a una presión
- 115.-



384753¹



parcial de óxido de carbono de aproximadamente 670 milibares, de preferencia a a aproximadamente 1850^o C durante 5 horas.

4^o.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PIEZAS DE ALU-120.- MINA TRANSPARENTE", todo tal y conforme se describe en la presente Memoria, la cual consta de 121 líneas.

Madrid, 21 OCT. 1970

RECIBIDO EN EL
Dpto.
Fiscal Vicaría
Fiscal Vicaría

A handwritten signature in dark ink, written over a circular official stamp. The signature is somewhat stylized and overlaps the text of the stamp. The stamp itself contains the words "RECIBIDO EN EL Dpto." at the top, "Fiscal Vicaría" in the middle, and "Fiscal Vicaría" at the bottom. The signature appears to be "Fiscal Vicaría" or similar.

A large, handwritten scribble or signature in dark ink, located in the lower-left quadrant of the page. It consists of several overlapping, curved lines that form an abstract shape, possibly representing a signature or a mark.