

436.077

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

ZIRCONAL PROCESSES LIMITED

entidad británica, domiciliada en Cosmos
House, Bromley Common, Bromley BR2 9TL,
Inglaterra, relativa a:

"METODO DE FABRICAR OBJETOS REFRACTARIOS
CONFIGURADOS"

=====

Inventores: Ian Richard Walters y Harold Garton
Emblem

Prioridades: Solicitudes de patente en Gran Bre-
taña nos. 13834/74 y 35610/74, de
fechas 28 marzo 1974 y 13 agosto
1974, respectivamente.

Int. Cl.: B28B, C04B

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a la fabricación de artículos refractarios. Más específicamente, la invención se refiere a un procedimiento de fabricación en el cual se prepara una suspensión fluyente de un polvo refractario dispersado en un aglomerante líquido, se cuela en un molde de forma apropiada y se deja fraguar por "gelación" o "solidificación" del aglomerante. El artículo moldeado fraguado, que se denominará "artículo crudo", se desmoldea entonces y se cuece para formar una masa refractaria sinterizada. - - - -

Según la presente invención, se provee un método de fabricación de objetos refractarios configurados que comprende las etapas de mezclar un polvo refractario con un aglomerante líquido solidificable para formar una suspensión fluida y fluyente, colar la suspensión en un molde y dejarla fraguar en el mismo hasta obtener el requerido "artículo crudo" y desmoldear el artículo crudo para el secado y la cocción subsiguientes, caracterizado porque el aglomerante líquido se basa en una sal acuosa de circonio y contiene (a) una substancia inductora de la solidificación que reacciona con la sal de circonio formando un óxido/hidróxido de circonio que, en las condiciones de reacción, hace fraguar la suspensión para formar una masa rígida y coherente.

te; (b) una substancia de control de la solidificación que retrasa el efecto de reacción y de fraguado de la substancia inductora de la solidificación; tanto la substancia inductora de la solidificación como la substancia de control de la solidificación o bien son dispersadas durante la cocción o bien dejan un residuo refractario. - - - - -

La presente invención satisface los siguientes parámetros importantes: - - - - -

10. 1. El aglomerante y las partículas de refractario producen una suspensión líquida que es suficientemente fluida para llenar las cavidades de un molde complejo. - - - -

15. 2. La suspensión solidifica de manera controlable debido a la influencia del agente retardante de la solidificación. Así, para producir una forma simple, tal como un bloque rectangular, puede realizarse rápidamente la operación de moldeo, que es sencilla, y, a fin de lograr un proceso económicamente viable cuando se utiliza un solo molde, se hace que el fraguado del aglomerante tenga lugar rápidamente. Ello es posible, según la presente invención, gracias al uso de una proporción relativamente pequeña de agente retardante de la solidificación. A fin de evitar un fraguado demasiado rápido y la no coherencia del sólido fraguado es, sin embargo, necesaria alguna substancia retardadora de la solidificación. En el caso de una forma compleja, tal como un componente de quemador, sin embargo, el llenado y la manipulación del molde es una operación más lenta y la

20.

25.

solidificación debe correspondientemente retardarse por aumento de la proporción del agente retardador de la solidificación. - - - - -

5. 3. El "artículo crudo" debe tener buena resistencia física para permitir el demoldeo de la forma compleja y el transporte a un horno de secado y entonces a un horno de cocción. La ruptura de los artículos crudos desperdicia material caro, puesto que el fraguado del aglomerante es un proceso irreversible, y causa también pérdida de tiempo. -

10. 4. Después de la cocción el aglomerante no debe dejar, en la masa refractaria sinterizada, productos que perjudiquen las propiedades refractarias de la masa. La circonia es altamente refractaria y la totalidad de los otros agentes inductores y retardadores de la solidificación, especificados en la presente, se dispersan con la cocción o dejan residuos altamente refractarios. - - - - -

20. En el pasado, se han utilizado ampliamente aglomerantes derivados de silicatos orgánicos que se hidrolizan bajo condiciones apropiadas para dar ácido silícico. El ácido silícico solidifica para fraguar la suspensión y después de la cocción deja sílice como matriz refractaria que mantiene unidos los gránulos refractarios. El sílice es un óxido refractario y se le reconoce como a tal, pero sus propiedades refractarias no son tan favorables como las propiedades refractarias de, por ejemplo, la alúmina y la circonia.

25. Adicionalmente, fabricándose el silicato de etilo a partir

de alcohol etílico, que es un producto derivado del petróleo, resulta cada vez más caro. - - - - -

- Según la presente invención, se proporciona más específicamente un método de fabricación de artículos refractarios, comprendiendo tal método las etapas de:
5. (a) preparar un aglomerante líquido solidificable, por mezcla de una disolución acuosa de una sal de circonio y una dispersión de polvo de magnesia calcinada en una mezcla de agua y un alcohol polihídrico;
 10. (b) mezclar un polvo refractario con el aglomerante líquido y formar una suspensión líquida fluuyente; (c) colar la suspensión en un molde para llenar las cavidades del último; (d) dejar que la suspensión del molde fragüe para constituir un artículo crudo coherente; (e) secar y cocer el artículo crudo para formar una masa refractaria sinterizada. - - - - -
 - 15.

- La invención proporciona también un método de fabricar artículos refractarios, comprendiendo tal método las etapas de:
20. (a) preparar un aglomerante líquido por mezcla de una disolución acuosa de una sal de circonio con un agente inductor de la solidificación elegido del grupo formado por aminoalcoholes, morfolina, polvo de magnesia quemada, apagada y espinelas en polvo, que contienen magnesia, cuando la sal de circonio es ácida y el polvo de magnesia quemada apagada y las espinelas en polvo, que contienen magnesia,
 25. solamente cuando la sal de circonio es básica y con un agente retardante de la solidificación elegido del grupo compuesto por sales de magnesio, lactato amónico, compues-

- tos de cloruro amónico que forman, en disolución, iones dipolares Zwitter y siendo adicionados alcoholes polihídricos, monosacáridos, hidrocioruro de trietanolamina y ácido acético al grupo mencionado en último lugar cuando el agente inductor de la solidificación es trietanolamina y siendo adicionados boratos de metales alcalinos al grupo mencionado en último lugar cuando el agente inductor de la solidificación es la magnesia quemada apagada o espinela en polvo, que
5. contiene magnesia; (b) mezclar un polvo refractario con el aglomerante líquido y formar una suspensión líquida fluyente; (c) colar la suspensión en un molde para llenar las cavidades del último; (d) dejar que la suspensión del molde fragüe para formar un artículo crudo coherente; (e) secar y cocer el artículo crudo para formar una masa refractaria sinterizada. - - - - -
- 10.
- 15.

- Las expresiones "pesado" y "ligero", cuando se refieren a polvo de magnesia calcinada tienen relación con la densidad aparente y el tamaño de partícula. Así, el polvo de magnesia calcinada "pesado" tiene gránulos relativamente grandes y una densidad en masa relativamente alta. La magnesia calcinada "ligera" tiene partículas relativamente pequeñas y una densidad en masa relativamente baja. Típicamente, 20 g de magnesia calcinada ligera ocuparán un volumen no inferior a 150 cc. Según la invención, se prefiere el polvo ligero de magnesia calcinada, cuando se utiliza un agente independiente de control de la solidificación. La operación de calcinación realizada sobre la magnesia es preferentemente de corta duración y, para obtener una magnesia
- 20.
- 25.

ligeramente calcinada, la calcinación se realiza típicamente entre 600° y 900°C. Esto está en contraposición con el proceso de "quemado de apagado" en el que se utilizan temperaturas superiores a 900°C. En términos generales, la magnesia "quemada apagada" es menos soluble en ácidos que la magnesia "calcinada". - - - - -

5.

La invención se describirá ahora más completamente en los siguientes ejemplos: - - - - -

EJEMPLO I

10.

Método preferido de preparación de la suspensión de magnesia

Se dispersó el peso requerido de polvo de magnesia calcinada en 100 ml de medio de suspensión (alcohol polihídrico y agua) al tiempo que se calentaba el medio a 70°C.

15.

La suspensión se mantuvo a 70°C durante dos minutos y entonces se enfrió a temperatura ambiente. - - - - -

20.

Se preparó un refractario configurado, adecuado para el uso como soporte de elementos eléctricos de hornos eléctricos, mezclando 25 ml de disolución al 22% de acetato de circonio con 15 ml de suspensión de magnesia calcinada (15 gramos de magnesia calcinada ligera, dispersados en 50 ml de agua y 50 ml de etilenglicol), añadiéndose entonces 420 gramos de una mezcla de polvos de circonio y de circonia. La suspensión se coló en un molde adecuado (sometido a

25.

vibración) y se dejó fraguar. Después de un minuto, el obje

to se desmoldeó, se dejó secar al aire y entonces se coció a 1550°C para dar el refractario configurado. - - - - -

La mezcla de polvos de circonio y de circonía com
prendía: - - - - -

- 5. Arena de circonio - 7 partes en peso (todo pasaba el tamiz B.S. 410 de malla 60)
- 10. Harina de circonio - 2 partes en peso (todo pasaba el tamiz B.S. 410 de malla 200)
- Circonia - 1 parte en peso (todo pasaba el tamiz B.S. 410 de malla 200)

EJEMPLO II

- 15. Se preparó un crisol mezclando 32 ml de disolución de oxiclورو de circonio al 22% con 18 ml de suspensión de magnesia (10 gramos de magnesia, de tipo pesado, dispersados en 50 ml de agua y 50 ml de glicerol), añadiéndose entonces 400 gramos de la siguiente composición refractaria
- 20. en polvo: - - - - -

- Carbomul
Marca registrada U.S.A. 6F - 55% en peso
- Carbomul
Marca registrada U.S.A. 40F - 25% en peso
- 25. Alúmina calcinada
Alcoa A2 - malla 325 - 20% en peso

El Carbomul es el producto de fusión de arena de circonio y alúmina calcinada vendido por la Carborundum Company. - - -

La suspensión resultante se coló en un molde adecuado sometido a vibración. Cuando la suspensión hubo fraguado (después de unos 7 minutos), se desmoldó el objeto y entonces se secó al aire y se coció a 1550°C para dar un crisol. - - - - -

5.

Preparación de suspensiones de magnesia

Se utilizó el siguiente método de preparación: Se dispersó el peso requerido de polvo de magnesia calcinada (tipo fino o pesado) en 100 ml de un medio de suspensión que comprendía un alcohol polihídrico y agua, al tiempo que se calentaba el medio a 70°C. La suspensión se mantuvo a 70°C durante dos minutos y entonces se enfrió a temperatura ambiente. - - - - -

10.

15.

Experimentos con disolución de acetato de circonio al 22%

En la Tabla I se dan datos referentes al efecto del tipo de alcohol y del contenido de magnesia en las características de solidificación. - - - - -

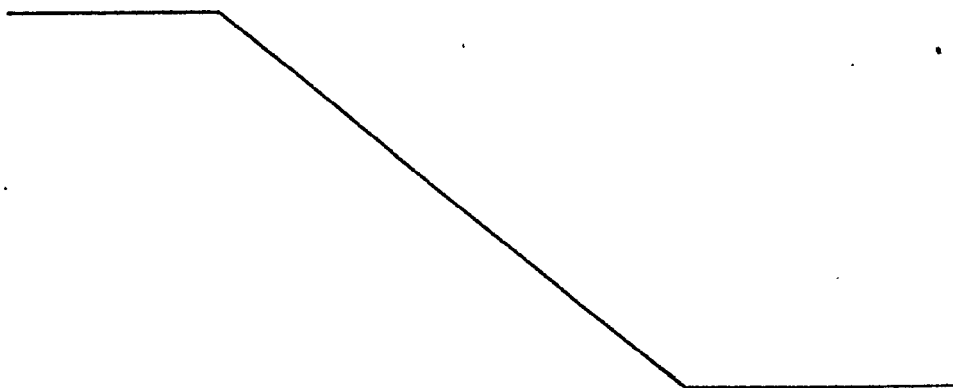


TABLA I

Efecto del tipo de alcohol y del contenido de magnesia de dispersión en disolución de acetato de circonio

Peso MgO (g) tipo fino	Composición de la suspensión		Propiedades de solidificación		Tiempo de solidificación	Observaciones
	% etilenglicol	% glicerol	Vol. suspensión (ml)	Vol. disol. acetato de circonio (ml)		
10	50	-	5	9	35 seg	sólido resistente límpido
"	"	-	4	9	40 seg	sólido resistente límpido
"	"	-	3	9		viscoso pero no sólido
10	-	50	5	9	45 seg	sólido resistente
"	-	"	4	9	45 seg	sólido resistente
"	-	"	3,5	9	65 seg	sólido firme*
"	-	"	3,0	9		viscoso pero no sólido
5	-	50	7	9	45 seg	sólido resistente
"	-	"	6	9	90 seg	sólido firme*
"	-	"	5,8	9	2 min 45 seg	sólido débil
"	-	"	5,0	9		límpido pero no sólido
10	-	80	5	9	80 seg	sólido firme
"	-	"	4	9	95 seg	sólido firme*
"	-	"	3	9		límpido pero no sólido
5	-	80	7	9	3 min 30 seg	sólido bastante firme*
"	-	"	8	9	4 min	sólido firme*
"	-	"	6	9	6 min 30 seg	sólido débil
"	-	"	5	9		ligeramente viscoso pero no sólido

Se observará que los tiempos más útiles de solidificación, es decir los que llevan asterisco en la tabla, se obtienen disminuyendo el contenido de magnesia y aumentando la proporción de alcohol polihídrico. En estos casos, sin embargo, los sólidos formados pueden tener poca resistencia. Se realizaron varios experimentos para tratar de obtener a la vez tiempos prácticos de solidificación y sólidos resistentes, utilizando un tipo más grueso de magnesia calcinada (MgO pesado Cat. No. 29110 B.D.H. Chemicals Ltd.). La Tabla II da los resultados de los experimentos que implican el uso de este tipo pesado de magnesia y disolución de acetato de circonio. - - - - -

5.

10.

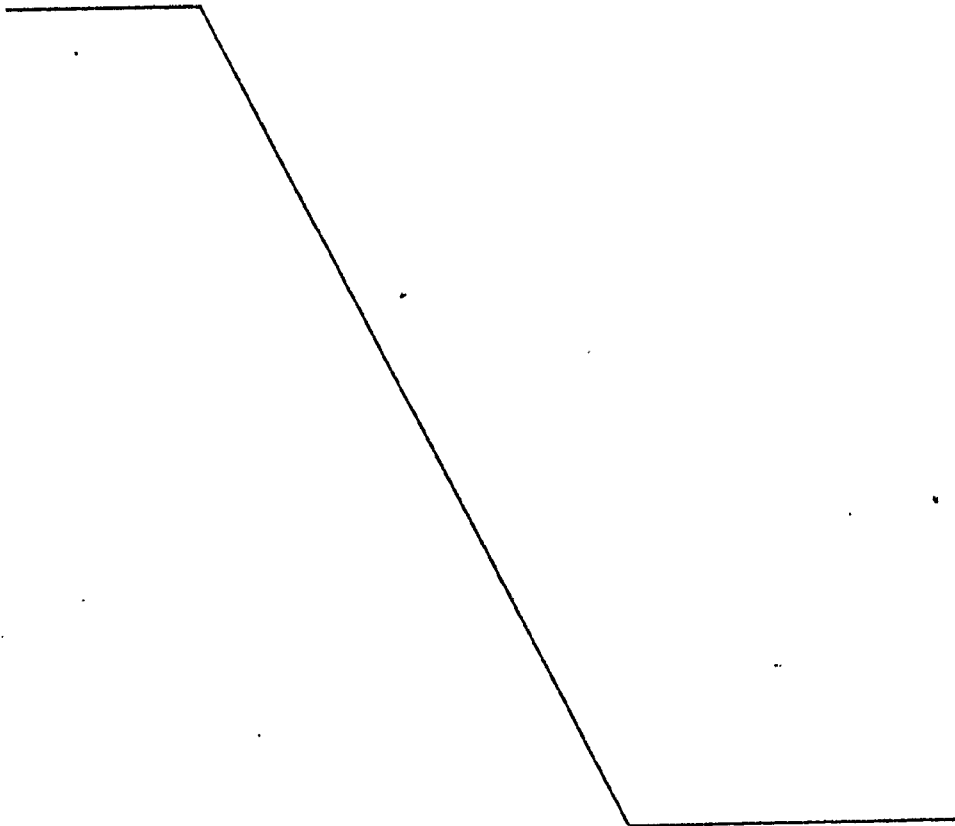


TABLA II

Gelación de disolución de acetato de circonio utilizando dispersión de magnesia pesada

Composición de la suspensión			Propiedades de solidificación			Observaciones
Peso MgO (g) (tipo pesado)	% etilenglicol	% glicerol	Vol. suspensión (ml)	Vol. disol. acetato de circonio (ml)	Tiempo solidificación	
10	50	-	7	9	1 min 10 seg	sólido túrbido ligeramente débil
"	"	-	5	9	1 min 30 seg	sólido túrbido ligeramente débil
"	"	-	4	9	2 min 45 seg	sólido túrbido ligeramente débil
10	-	50	6	9	1 min 20 seg	sólido firme*
"	-	"	5	9	1 min 40 seg	sólido firme*
"	-	"	4	9	3 min	sólido firme*
"	-	"	3,5	9	4,5min	sólido firme*
"	-	"	3	9		viscoso pero no sólido
10	-	30	7	9	50 seg	sólido firme*
"	-	"	5	9	1 min 40 seg	sólido firme*

5. Como agente de solidificación, el tipo grueso de magnesia ofrece ventajas con respecto al tipo fino puesto que proporciona tiempos prácticos de solidificación y sólidos resistentes, así como un control razonable del comportamiento de la solidificación. También aquí los valores útiles llevan asterisco. - - - - -

10. Un intento alternativo de solidificar de manera satisfactoria el sistema acetato de circonio/magnesia implica el uso de sorbitol, para retardar y controlar el proceso de solidificación. - - - - -

15. Los datos obtenidos con sorbitol se dan en la Tabla III. Las suspensiones utilizadas se prepararon dispersando 10 g de magnesia ligera en disoluciones de sorbitol de diferentes concentraciones, al tiempo que se calentaba a 70°C. Se utilizaron 100 ml de la disolución de sorbitol. --

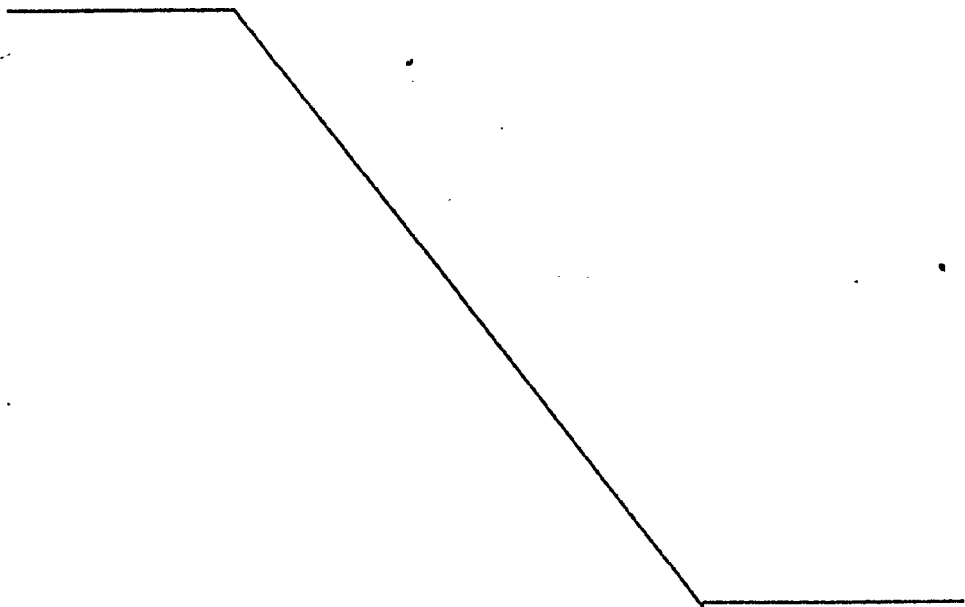


TABLA III

Efecto del sorbitol sobre la solidificación de disolución de acetato de circonio utilizando dispersión de magnesia ligera

5.	<u>% de sorbitol en disolución</u>	<u>Vol. de suspensión (ml)</u>	<u>Vol. de disol. de acetato de circonio (ml)</u>	<u>Tiempo de fraguado</u>	<u>Observaciones</u>
	17	1	9	8 min	sólido débil
	17	6	9	5 min	sólido débil
10.	17	5	9	2 min 15 seg	sólido débil
	17	4	9	-	no sólido
	13	9	9	1 min 50 seg	sólido blando
	13	7	9	55 seg	sólido blando
15.	13	5	9	65 seg	sólido blando
	10	7	9	40 seg	sólido firme, buenas propiedades de aglomeración*
20.	10	5	9	50 seg	sólido firme, buenas propiedades de aglomeración*
	10	4	9	1 min 40 seg	sólido débil
	10	3	9	-	no sólido
25.	No se forman sólidos si el % de sorbitol en la disolución es de 25% o más. Los valores útiles llevan asterisco. - - -				

EJEMPLO III

30. Se preparó una dispersión de magnesia calcinada dispersando 10 gramos de tipo fino de magnesia calcinada en una mezcla de 50 ml de agua y 50 ml de etilenglicol, calen-

tándose la mezcla de etilenglicol y agua a 70°C. La dispersión se dejó enfriar a temperatura ambiente. - - - - -

5. Se preparó un refractario configurado mezclando 15 ml de la anterior dispersión de magnesia con 34 ml de di- solución al 22% de acetato de circonio y añadiendo entonces 400 gramos de un granulado refractario B-40 (A.P. Green Co., Mexico, Missouri, U.S.A.). La suspensión resultante se coló en un molde adecuado (en este caso un molde de crisol) sometido a vibración y se dejó fraguar. Después de cinco minutos, se desmoldeó el objeto, se secó al aire y se coció para dar un crisol. - - - - -

10.

15. Se prepara granulado refractario B-40 a partir de concentrado de mineral de cromo filipino y una magnesita de alta pureza (Freeport). El contenido porcentual de magnesia del granulado es de 40. - - - - -

EJEMPLO IV

20. Se utilizó mineral de cromo del Transvaal, tipo T3 (R. Hostombe Ltd.) para preparar un objeto refractario configurado. La preparación de la dispersión de magnesia se realizó como se ha descrito en el Ejemplo III. - - - - -

Se preparó un refractario configurado mezclando 19 ml de dispersión de magnesia con 30 ml de disolución de acetato de circonio al 22% y añadiendo entonces 400 gramos de mineral de cromo de Transvaal, tipo T3. La suspensión re

sultante se coló en un molde adecuado sometido a vibración y entonces se dejó fraguar. Después de cinco minutos el objeto se desmoldeó, se secó entonces al aire y se coció para dar el refractario configurado. - - - - -

5. PROPIEDADES DEL MINERAL DE CROMO DEL TRANSVAAL, TIPO T3

	<u>Análisis típico</u>		<u>Análisis con tamiz</u>	
	%			%
	Cr ₂ O ₃	46,0	tamiz A.S.T.M	
	FeO	25,6	12	-
	SiO ₂	1,3	30	11,4
10.	MgO	9,8	50	52,9
	CaO	0,2	100	24,8
	Al ₂ O ₃	16,2	200	8,2
	relación Cr/Fe 16:1		batea	3,4
	H ₂ O	1,9		

15. Utilizando refractarios ácidos o neutros puede controlarse el tiempo de fraguado de una suspensión preparada a partir de estos refractarios y una disolución de acetato de magnesio en acetato de circonio, más una suspensión de magnesia calcinada en alcoholes polihídricos acuosos, como glicerol o etilenglicol, por variación de la concentración de acetato de magnesio en la disolución de acetato de circonio. Se prefiere el glicerol respecto al etilenglicol.

20.

EJEMPLO V

Se preparó un refractario configurado, adecuado

- para utilizar como soporte de elementos eléctricos en hornos eléctricos, mezclando, 42 ml de una disolución de acetato de magnesio en disolución de acetato de circonio preparada disolviendo 15 gramos de cristales de acetato de magnesio $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de disolución de acetato de circonio con 18 ml de una suspensión de magnesia calcinada (10 g de magnesia ligera, LMO, tipo 262, dispersada en 50 ml de agua y 50 ml de glicerol), añadiéndose entonces 300 g de una mezcla en polvo de Sillimanite. La suspensión resultante se coló en un molde adecuado, sometido a vibración, y se dejó fraguar. El objeto se desmoldeó entonces y se dejó secar al aire y se coció a 1550°C para dar el refractario configurado. - - - - -
- 5.
- 10.

El polvo refractario utilizado era - - - - -

15. -16+30 Molochite (marca registrada) -2 partes en peso (Agregado refractario de aluminosilicato, producido a partir de caolín sometido a calcinación a más de 1500°C). - - - - -
- 100 CML P.B. Sillimanite - $1 \frac{2}{3}$ partes en peso. - - - - -
- 100 alúmina fundida - $\frac{1}{3}$ partes en peso. - - - - -

20. Los tamaños de tamiz se refieren a tamices B.S. 410. En los siguientes ejemplos se hará referencia a esta mezcla de Sillimanite. - - - - -

EJEMPLO VI - Efecto del acetato de magnesio

Una suspensión de magnesia calcinada, obtenida

por dispersión de 10 g de magnesia de tipo LMO/262 en 50 ml de glicerol y 50 ml de agua se utilizó para solidificar disoluciones de acetato de magnesio $(CH_3COO)_2Mg \cdot 4H_2O$ en disolución de acetato de circonio. Los resultados se dan en la

5. Tabla IV. - - - - -

TABLA IV

Efecto del acetato de magnesio sobre la solidificación de acetato de circonio por una dispersión de magnesia ligera en glicerol acuoso

10.	<u>Peso de acetato de magnesio (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio</u>	<u>Volumen de dispersión (ml)</u>	<u>Volumen de disolución de acetato de circonio (ml)</u>	<u>T solidificación</u>
15.	10	5	9	50 seg
	10	6	9	1 3/4 min
	20	4	9	1 1/2 min
	20	5	9	3 1/2 min
	20	6	9	20 min
20.	24	3	9	4 min
	24	3,5	9	2 1/4 min
	24	4	9	3 min
	24	5	9	8 min
	30	4	9	9 min
25.	30	5	9	40 min

Se observará que, en términos generales, el aumento de la proporción de acetato de magnesio con respecto al volumen de dispersión de magnesia aumenta el tiempo de solidificación. - - - - -

EJEMPLO VII - Uso de la suspensión de magnesia para solidificar formato de circonio

5. Se utilizó una suspensión de magnesia calcinada, obtenida dispersando 10 g de magnesia de tipo LMO/262 en 50 ml de glicerol y 50 ml de agua para solidificar una disolución de formato de circonio (contenido de ZrO_2 de aproximadamente 20%). La suspensión se mezcló con la disolución de formato de circonio, obteniéndose los siguientes resultados:

10. 9 ml de disolución de formato de circonio + 3 ml de suspensión - no solidificación - - - - -

9 ml de disolución de formato de circonio + 4 ml de suspensión - T solidificación = 25 seg - - - - -

9 ml de disolución de formato de circonio + 5 ml de suspensión - T solidificación = 15 seg. - - - - -

15. El tiempo de solidificación puede alargarse disolviendo glicina (un compuesto de formación de iones dipolares) en la disolución de formato de circonio. - - - - -

EJEMPLO VIII - Uso de disoluciones de carbonato de amonio circonio

20. Puede obtenerse carbonato de amonio circonio en forma de disolución haciendo reaccionar carbonato de circonio con una disolución de carbonato de amonio. Una disolución de este tipo tiene un contenido de ZrO_2 de un mínimo del 10% y se describe en la hoja de datos 432 de Baco

25. Chemicals de agosto de 1969. Recientemente se ha introduci-

do una disolución con un contenido de ZrO_2 de 19-21% (disolución de carbonato de amonio circonio (AZC)). Esta disolución se describe en la hoja de datos 322 de Magnesium Elektron Ltd. de julio de 1974. También se describe en esta

5. hoja de datos una disolución conocida como Bacote 20 que es una forma modificada de AZC que, cuando se diluye, presenta mejor estabilidad respecto a las elevadas temperaturas y a la hidrólisis. Se hace referencia a la memoria británica 1.337.983. - - - - -

10. Suspensión de magnesia para solidificar disolución (contenido 19-21% de ZrO_2)

Se preparó una suspensión de magnesia calcinada dispersando 10 g de magnesia de tipo LMO/262 en 50 ml de glicerol y 50 ml de agua. Esta suspensión se utilizó para

15. gelificar una disolución de AZC (19-21% de contenido de ZrO_2). Se obtuvieron los siguientes resultados: - - - - -

9 ml de disolución de AZC + 5 ml de suspensión T sol. =
1 min - - - - -

9 ml de disolución de AZC + 4 ml de suspensión T sol. =
20. 1 min 20 seg - - - - -

9 ml de disolución de AZC + 3 ml de suspensión T sol. =
1 min 30 seg - - - - -

9 ml de disolución de AZC + 2 ml de suspensión T sol. =
2 min 45 seg. - - - - -

25. Se preparó un crisol mezclando en el orden dado - - - - -

28 ml de disolución AZC

12 ml de suspensión de magnesia

200 g de la composición de pol-
vo refractario del Ejemplo II

5. La suspensión resultante se coló en un molde adecuado sometido a vibración. Cuando la suspensión hubo fraguado (después de unos 10 minutos) el objeto se desmoldeó y entonces se secó al aire y se coció a 1550°C para dar un crisol. - -

EJEMPLO IX - Uso de disolución de nitrato de circonio

10. Se halla en el comercio una disolución acuosa de nitrato de circonio. Esta disolución puede solidificarse utilizando la dispersión de magnesia ligera cuya preparación se describe en el Ejemplo VIII. Se obtuvieron los siguientes resultados: - - - - -

15. 9 ml de disolución de nitrato de circonio + 5 ml de suspensión - T sol. = 20 seg. - - - - -

EJEMPLO X - Dietanolamina como agente inductor de la solidificación

20. El agente de solidificación era una disolución de un volumen de dietanolamina en un volumen de agua. Esta es la disolución A, - - - - -

con 10,0 g de cristales de acetato de magnesio ($4H_2O$) (agente controlador del tiempo de solidificación) en 50 ml de disolución de acetato de circonio: - - - - -

10 ml de esta disolución + 3,0 ml de disolución A - sol. en
20 segundos, mejorando la resistencia con el reposo,

10 ml de esta disolución + 2,5 ml de disolución A - sol. dé
bil en 1 minuto - - - - -

5. con 15,0 g de cristales de acetato de magnesio ($4H_2O$) en 50
ml de disolución de acetato de circonio - - - - -

10 ml de esta disolución + 3,0 ml de disolución A - buena
solidificación en 20 segundos - - - - -

10. 10 ml de esta disolución + 2,5 ml de disolución A - buena
solidificación en 20 segundos. - - - - -

Se diluyó la disolución A añadiendo 1 volumen de
agua a 1 volumen de disolución A, dando la disolución B - -

15. 10 ml de acetato de magnesio/disolución de acetato de circo
nio + 5 ml de disolución B - buena solidificación en
20 segundos, pH 8,5 - - - - -

10 ml de acetato de magnesio/disolución de acetato de circo
nio + 4,5 ml de disolución B - sin solidificación en
20 minutos, pH 7,0. - - - - -

20. EJEMPLO XI - Trietanolamina como agente inductor de la soli
dificación

El agente de solidificación era una disolución de
un volumen de trietanolamina en un volumen de agua. - - - -

Esta es la disolución C, - - - - -

con 10 g de cristales de acetato de magnesio ($4H_2O$) (agente controlador del tiempo de solidificación) en 50 ml de disolución de acetato de circonio. - - - - -

5. Utilizando 10 ml de esta disolución, con volúmenes dados de disolución C - - - - -

3 ml - pH 6

3,5 ml - pH 7

10. 4,0 ml - pH entre 7 y 7,5, sólido de tipo caucho en dos minutos

4,5 ml - pH 7,7, sólido de tipo caucho en 30 segundos - - - - -

Todas las determinaciones de pH se realizaron utilizando una disolución indicadora universal B.D.H. (suministrada por B.D.H. Chemicals Ltd. Poole) -

15. con 15 g de cristales de acetato de magnesio ($4H_2O$) en 50 ml de disolución de acetato de circonio. - - - - -

Utilizando 10 ml de esta disolución con 4,0 ml de disolución C - sólido en 2 minutos, un sólido de tipo caucho, - - - - -

20.

con 5 g de cristales de acetato de magnesio ($4H_2O$) en 50 ml de disolución de acetato de circonio. - - - - -

Utilizando 10 ml de esta disolución con 4,0 ml de

disolución C - sólido en 1 minuto 15 segundos -
sólido muy flexible y de tipo caucho - - - - -

10 ml de disolución de acetato de circonio, no se
disolvieron cristales de acetato de magnesio - -

5. con 4,0 ml de disolución C - se dió solidificación localiza
da pero no sólido coherente. - - - - -

Debe concluirse que el acetato de magnesio alarga el tiempo
de solidificación y refuerza también el sólido. - - - - -

EJEMPLO XII

10. Se preparó un soporte de elementos mezclando los
siguientes componentes en el orden que se indica - - - - -

27 ml de disolución de acetato de magnesio en ace
tato de circonio (composición: 10 g de cristales
de acetato de magnesio ($4H_2O$) disueltos en 100 ml
de disolución de acetato de circonio) - - - - -

15. 12 ml de disolución acuosa al 50% de trietanolami
na - - - - -

400 g de una mezcla de polvos de circonio y de cir
conia. - - - - -

20. La suspensión resultante se coló en el molde, so-
metido a liberación. Después de 5 minutos, cuando la suspen
sión se hubo endurecido, se desmoldeó el soporte, se secó

al aire y se coció a 1550°C. - - - - -

EJEMPLO XIII

Se prepararon suspensiones mezclando 20 ml de la disolución de acetato de magnesio - acetato de circonio con

5. 100 g de agregado refractario básico en polvo y se anotó el tiempo de fraguado de la suspensión. La disolución de acetato de magnesio - acetato de circonio se preparó disolviendo un peso dado de cristales de acetato de magnesio $(CH_3.COO)_2.Mg.4H_2O$ en 100 ml de disolución de acetato de circonio (que

10. contenía aproximadamente 22% p/p de ZrO_2). El agregado refractario básico en polvo estaba compuesto por 2 partes en peso de polvo cerámico Steetley MCH45 y 1 parte en peso de polvo cerámico Steetley MCH200. La tabla da los resultados obtenidos. - - - - -

15.	<u>Peso de cristales de acetato de magnesio (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión</u>
	0	2 1/2 min
	10	3 3/4 min
20.	20	4 3/4 min
	30	6 1/4 min
	40	11 min

Se observará que el aumento de la proporción del agente de control del tiempo de solidificación aumenta el tiempo de solidificación. Los polvos cerámicos Steetley son espinelas

25. sintéticas preparadas sinterizando una mezcla de magnesia y

mineral de cromo. Un análisis químico típico es: - - - - -

	Oxido de cromo	24% como Cr_2O_3
	Oxido de magnesio	41% como MgO
	Oxidos de hierro	12% como Fe_2O_3
5.	Oxido de aluminio	20% como Al_2O_3
	Oxido de silicio	2% como SiO_2
	Oxido de calcio	1% como CaO
	Peso específico	3,85

EJEMPLO XIV

10. Los intentos de solidificar disolución de acetato de circonio con disoluciones acuosas de etanolamina, dietanolamina y trietanolamina, en ausencia de un agente de control del tiempo de solidificación resultaron insatisfactorios, observándose en todos los casos la solidificación localizada.
15. Sin embargo, si se disuelve en la disolución de acetato de circonio una cantidad suficiente de un acetato de magnesio $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ como agente controlador del tiempo de solidificación, es posible obtener sólidos buenos y coherentes que desarrollan una considerable resistencia al reposar. - - - - -
- 20.

Los siguientes Ejemplos ilustran sistemas practicable a escala comercial. La formulación Zetabond 10 mencionada es de la Zirconal Processes Limited y comprende 100 ml de disolución de acetato de circonio (contenido de ZrO_2 del 22% en peso) en que se disuelven 10 g de cristales de

25.

acetato de magnesio ($4H_2O$). - - - - -

Uso de disolución de acetato de circonio para aglomerar polvo refractario

EJEMPLO XV

5. Disolución Zetabond 10/alcoholes industriales metilados 640P solidificada por la adición de disolución de trietanolamina/hidrocloruro de trietanolamina. - - - - -
- (a) Se preparó un cilindro mezclando 30 ml de una disolución que contenía 60 ml de Zetabond 10 con 40 ml de alcoholes metilados industriales 640P (disolución de Zetabond 10/640P (60:40) con 9 ml de disolución de hidrocloruro de trietanolamina/trietanolamina obtenida disolviendo 5 g de hidrocloruro de trietanolamina en 100 ml de una disolución acuosa al 40% de trietanolamina y añadiendo entonces una
10. mezcla de Sillimanite fina 200. La suspensión resultante de sarrolló resistencia bastante lentamente. El tiempo de fraguado observado fue de 12 min. (El tiempo de solidificación en ausencia de polvo era de 2 1/2 min.). - - - - -
15. (b) Se preparó un cilindro mezclando 26 ml de una disolución de Zetabond 10/640P (60:40) con 14 ml de una disolución de hidrocloruro de trietanolamina/trietanolamina obtenida disolviendo 10 g de hidrocloruro de trietanolamina en 100 ml de una disolución acuosa al 40% de trietanolamina y añadiendo entonces 200 g de mezcla de Sillimanite fina.
20. La suspensión obtenida se hizo algo inmóvil después de 3 min
- 25.

y se observó un tiempo de fraguado de aproximadamente 12 min. - - - - -

- (c) Se preparó un cilindro mezclando 26 ml de una disolución de Zetabond 10/640P (80:20) con 14 ml de disolución de hidrocioruro de trietanolamina/trietanolamina obtenida disolviendo 10 g de hidrocioruro de trietanolamina en 100 ml de una disolución acuosa al 40% de trietanolamina y añadiendo entonces 200 g de mezcla de Sillimanite fina. La suspensión resultante no fluía bajo vibración después de 2 min. El objeto conformado podía desmoldearse después de 6 min pero estaba aún un poco blando (T solidificación = 1 min). - - - - -
- 5.
- 10.

EJEMPLO XVI

- Disolución de fructosa - cloruro magnésico - acetato de circonio solidificada por adición de disolución de morfolina
- 15.

- Se preparó un cilindro mezclando 27,5 ml de una disolución obtenida disolviendo 12 g de fructosa y 8 g de cristales de cloruro magnésico (hidratados) en 100 ml de disolución de acetato de circonio con 16,5 ml de disolución acuosa al 50% de morfolina, añadiendo entonces 200 g de mezcla de Sillimanite. La suspensión fluía bastante bien bajo vibración. El cilindro podía desmoldearse después de 5 min (T solidificación = 2 1/4 min). - - - - -
- 20.

EJEMPLO XVII

Disolución de fructosa - cloruro magnésico (agentes de control del tiempo de solidificación) - acetato de circonio solidificada por adición de disolución de dietanolamina

5. Se preparó un cilindro mezclando 26 ml de una disolución obtenida disolviendo 10 g de fructosa y 10 g de cloruro magnésico (hidratado) en 100 ml de disolución de acetato de circonio con 13 ml de disolución acuosa al 50% de dietanolamina, añadiendo entonces 200 g de mezcla de Sillimanite. La suspensión resultante fluyó satisfactoriamente bajo vibración. El cilindro se extrajo después de 12 min (T solidificación = 2 1/2 min). - - - - -
- 10.

EJEMPLO XVIII

Disolución de fructosa - cloruro magnésico - acetato de circonio solidificada por adición de disolución de etanolamina

15. Se preparó un bloque mezclando en el orden que se indican - - - - -

200 ml de disolución de 10 g de fructosa y 10 g de cloruro magnésico (hidratado) en 100 ml de disolución de acetato de circonio - - - - -

80 ml de disolución que comprendía volúmenes iguales de - - - - -

alcohol industrial metilado 640P, agua y etanolamina - - - - -

1500 g de mezcla de Sillimanite. - - - - -

La suspensión permaneció móvil durante aproximada-
mente 3 min. - - - - -

5. El bloque se desmoldeó satisfactoriamente a los
40 min pero era más bien flexible. - - - - -

EJEMPLO XIX

Disolución de lactato de amonio (agente controlador del tiempo
de solidificación) y acetato de circonio, solidificada por
la adición de disolución de dietanolamina

10. Se preparó un cilindro mezclando 26 ml de disolu-
ción de acetato de circonio y lactato de amonio (80:20) con
13 ml de disolución acuosa al 50% de dietanolamina y añadien-
do entonces 200 g de una mezcla de Sillimanite fina. La sus-
pensión permaneció móvil durante aproximadamente 7 min. El
15. artículo se desmoldeó a los 50 min aunque estaba aún un po-
co blando. - - - - -

EJEMPLO XX

Experimentos con betaína (agente de control del tiempo de
solidificación - compuesto que en disolución proporciona un
ión dipolar (Zwitter))

20. Resultados obtenidos utilizando 10 g de betaína/
100 ml de disolución de acetato de circonio. - - - - -

<u>Volumen de disolución de betaína (ml)</u>	<u>Volumen de disolución de TEA al 50% (ml)</u>	<u>T solidificación</u>
10	4	1 3/4 min
10	5	20 seg

5. Resultados obtenidos utilizando 10 g de betaína/100 ml de Zetabond 10 - Disolución A - - - - -

	<u>% en volumen disolución A</u>	<u>% en volumen disolución 640P I.M.S.*</u>	<u>Volumen de aglomerante (ml)</u>	<u>Volumen de disolución TEA al 50% (ml)</u>	<u>T solidificación</u>	
10.	100	-	10	4	1 1/2 min	} sólidos algo blandos
	100	-	10	5	30 seg	
	50	50	10	2	25 min	
	"	"	10	3	2 1/2 min	
	"	"	10	4	2 1/2 min	

15. * alcoholes metilados industriales.

EJEMPLO XXI

Exoerimentos con polvos cerámicos Steetley - tipo MCH y el aglomerante refractario basado en disolución de acetato de circonio

20. El polvo cerámico Steetley es una espinela basada en polvo refractario que tiene una composición aproximada dada en el Ejemplo XIII. Contiene así su propio agente inductor de la solidificación. - - - - -

25. Se intentó la aglomeración de un agregado refractario compuesto por 2 partes en peso de polvo cerámico

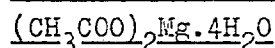
Steetley MCH 45 y 1 parte en peso de polvo cerámico Steetley MCH 200, utilizando disolución de acetato de circonio ($22\frac{1}{2}$ de ZrO_2) en la que se había disuelto un aditivo adecuado.

Se dan a continuación los datos que presentan el efecto de

5. distintos aditivos sobre el comportamiento de solidificación.

Para la preparación de los objetos refractarios configurados, se emplearon el agregado refractario y el medio aglomerante en la proporción de 100 g de agregado refractario con respecto a 20 ml de medio aglomerante. - - - - -

10. (a) Efecto de los cristales de acetato de magnesio



15.	<u>Peso de los cristales de acetato de magnesio (g) disueltos en 100 ml de disolución de acetato de circonio</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión (min)</u>	<u>Comentarios</u>
	0	2 1/2	Desarrollo rápido de la resistencia
	10	3 3/4	
	20	4 3/4	
20.	30	6 1/4	
	40	11	

(b) Efecto del acetato de magnesio (secado) $(CH_3COO)_2Mg \cdot H_2O$

25.	<u>Peso del acetato de magnesio (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión (min)</u>	<u>Comentarios</u>
	0	2 1/2	buen desarrollo de la resistencia
	10	4 1/4	
	20	7	
30.	30	45	no se endureció completamente

(c) Efecto del lactato de magnesio

5.	Peso del lactato de magnesio (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio	Volumen de disolución de lactato (ml)	Volumen de glicerol (ml)	Volumen de etilenglicol (ml)	Volumen de 740P (ml)	Tiempo de fraguado	Comentarios
	0	20	-	-	-	2 1/2 min)	desarrollo rápido de resistencia
	4	20	-	-	-	4 min)	
10.	10	20	-	-	-	5 min)	
	4	17,5	2,5	-	-	10 min	la suspensión se espesó pero no se endureció
	"	15	5	-	-)	
15.	"	15	-	5	-	4 min)	desarrollo rápido de resistencia
	"	15	-	-	5	4 min)	tencia

(d) Efecto del sorbitol

20.	Peso de sorbitol (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio	Tiempo de fraguado de la suspensión (min)	Comentarios
	0	2 1/2	
25.	10	12	aumento relativamente rápido de viscosidad; inicialmente desarrollo de resistencia algo lento *
	11	17	
	12	30	
30.	15	}	suspensión inmóvil después de 25 min, aún blando después de 40 min, suspensión espesada pero aún algo blanda después de varias horas.
	20		
35.			

(e) Efecto del manitol

	<u>Peso de manitol (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión</u>
5.	0	2 1/2 min
	5	4 1/2 min

(f) Efecto de la fructosa

	<u>Peso de fructosa (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato de circonio</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión</u>	<u>Comentarios</u>
10.	0	2 1/2 min	
	5	4 min	la resistencia se desarrolló al reposar
15.	10	13 min	
	15		inmóvil después de 35 min no se endureció, la suspensión se hizo viscosa pero no se endureció
	20		

20. .NOTA: El citrato magnésico y el oxalato magnésico son insolubles en disolución de acetato de circonio. - - - -

(g) Efecto de diluyentes

En este caso se utilizaron 15 ml de medio aglomerante con 100 g de agregado refractario. - - - - -



	Volumen de disolución de acetato de circonio (ml)	Volumen de agua (ml)	Volumen de 740P I.M.S. (ml)	Volumen de etilenglicol (ml)	Volumen de glicerol (ml)	Tiempo de fraguado (min)	Comentarios
5.	10	5	-	-	-	1 1/2	muy buena resistencia en crudo
	7,5	7,5	-	-	-	1 1/4	
	5	10	-	-	-	50 seg	
	10	-	5	-	-	2 1/4	
10.	7,5	-	7,5	-	-	2 1/4	
	5	-	10	-	-	2 1/2	
	10	-	-	5	-	2 1/4	
	7,5	-	-	7,5	-		
	12,5	-	-	-	2,5	2 1/4	
15.	10	-	-	-	5,0		

EJEMPLO XXII

Uso de boratos de metales alcalinos para controlar el tiempo de fraguado de la suspensión de Zetabond 10 y del polvo cerámico Steetley

20. Los tetraboratos de litio, potasio y sodio desarrollan fuertes efectos retardadores sobre la velocidad de fraguado de las suspensiones de Zetabond 10 y los polvos refractarios del tipo MCH. De los tetraboratos utilizados la sal sódica (bórax) demostró ser óptimamente satisfactoria teniendo en cuenta su fácil solubilidad en Zetabond 10.
- 25.

Experimentos con tetraborato sódico (bórax)

Se disolvió la cantidad apropiada de bórax en una

disolución que comprendía volúmenes iguales de Zetabond 10 y 640P. Se obtuvo una suspensión mezclando 30 ml de medio aglomerante con 200 g de agregado refractario (este último estaba compuesto por dos partes en peso de -7+22 MCH, 1 parte en peso de 85 MCH y 2 partes en peso de 200 MCH). La suspensión se coló en un molde para cilindros y se anotó el tiempo de fraguado (véase posteriormente). Después de endurecido, el artículo conformado se desmoldeó, se encendió para quemar el alcohol y entonces se coció a 100°C durante 4 horas. - - - - -

	<u>Peso de bórax (g) disuelto en 100 ml de disolución de Zetabond 10/640P (1:1)</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión</u>
	0	70 seg
15.	1/2	2 3/4 min
	1 1/4	3 1/2 min
	2 1/2	5 min
	5,0	8 min
	7 1/2	15 min

20. Con disolución de acetato de circonio que no contiene acetato de magnesio se obtienen tiempos de fraguado muy inferiores como se indica en la siguiente tabla. - - - - -

	<u>Peso de bórax (g) disuelto en 100 ml de disolución de acetato/640P (1:1)</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión</u>
25.	0	40 seg
	2 1/2	2 1/2 min
	5	3 1/4 min
	7 1/2	5 1/2 min

Experimentos con tetraborato lítico

Utilizando tetraborato lítico en vez de bórax y siguiendo el proceso adaptado previamente, se obtuvieron los siguientes datos. - - - - -

	<u>Peso de tetraborato lítico (g) disuelto en 100 ml de disolución Zetabon 10/640P (1:1)</u>	<u>Tiempo de fraguado de la suspensión</u>
5.	0	70 seg
	1/2	3 1/4 min
10.	1 1/4	4 1/4 min
	2 1/2	8 min

Experimentos con tetraborato potásico

El tetraborato potásico tiene sólo una solubilidad limitada en Zetabond 10 (aprox. 1 g 1100 ml de disolución) y no es por ello satisfactorio. Utilizando 1 g de tetraborato potásico/100 ml de disolución de Zetabon 10/640P (1:1), el tiempo de fraguado de la suspensión es de 2 3/4 min. - - - - -

EJEMPLO XXIII

20. Preparación de moldes cerámicos de envolvente

Se preparó una composición de recubrimiento dispersando 1000 g de Molochite de tipo 120 en 400 ml de una disolución de acetato magnésico en disolución de acetato de circonio. Se preparó un molde cerámico de envolvente como

sigue: - - - - -

ETAPA 1

5. Se sumergió un contramolde de cera en la composición de recubrimiento y entonces se espolvoreó con un polvo que comprendía una mezcla de polvo cerámico Steetley MCH 200, 1 parte en peso, y polvo cerámico Steetley MCH-8+22, 3 partes en peso. El recubrimiento del contramolde se dejó endurecer por reposo durante 10 minutos al aire. - - - - -

ETAPAS 2, 3 y 4

10. Como en la Etapa 1. La envolvente se dejó durante la noche para acabar el endurecido. Se obtuvo una envolvente firme y dura con buena resistencia a la eliminación de partículas por abrasión mecánica. La envolvente puede descarse y cocerse siguiendo procesos normales conocidos. - -

15. Un polvo alternativo para el espolvoreado es una mezcla de polvo cerámico Steetley MCH 200, 1 parte en peso, y polvo cerámico Steetley MCH45, 3 partes en peso. - - - -

20. Es frecuentemente ventajoso aplicar un recubrimiento de imprimación a la envolvente sumergiéndola en la composición de recubrimiento antes de dejarla durante la noche para acabar el endurecido. Si se desea, puede aplicarse un recubrimiento primario conocido al contramolde de cera antes de la primera etapa de la formación del molde de envolvente cerámico. - - - - -

EJEMPLO XXIV

Uso de magnesia quemada apagada como agente de solidificación con disolución de acetato de magnesio en disolución de acetato de circonio

5. La magnesia quemada apagada utilizada en el presente ejemplo y en los que siguen se preparó por molturación con bolas de un granulado de magnesia sarda quemada y apagada. El análisis del material utilizado fue: - - - - -

10.	Fe ₂ O ₃	0,22%
	Al ₂ O ₃	0,25%
	CaO	1,62%
	SiO ₂	0,78%

área superficial BET 2 m²/g (aprox.)

área superficial por el método Rigden 0,25 - 0,30 m²/g. - -

15. Se prepararon disoluciones de acetato de magnesio en disolución de acetato de circonio disolviendo la cantidad apropiada de los cristales de acetato de magnesio (4H₂O) en disolución de acetato de circonio. - - - - -

Experimentos con mezcla de Sillimanite fina

20. Se añadió un 10% en peso de magnesia quemada apagada a la mezcla de Sillimanite fina. Los resultados obteni

dos se dan en la tabla. -----

	Peso del polvo refractario (g)	Peso de los cristales de acetato de magnesio (g) por 100 ml de solución de acetato de circonio	Volumen de disolución utilizada (ml)	Tiempo solidificación (min)	Observaciones
5.	200	10	35	3 1/2	fraguado lento, uniforme, muy duro
10.	200	10	35	3	el volumen de disolución utilizada contenía 20% v/v de 740P I.M.S. Más fácil de colar. Fraguado muy duro
15.	200	40	35	5	suspensión espesa de tipo jarabe que se endurecía lentamente
20.	1500	40	300	4	el volumen de disolución utilizada contenía 20% v/v de 740P I.M.S. Lento de endurecer

30. La mezcla de Sillimanite fina utilizada como anteriormente era -----

- Molochite - tipo 16+30 - 2 partes en peso
- P.B. de Sillimanite de tipos 100 CML - 1 2/3 partes en peso
- Alúmina fundida - 100 tamiz B.S. 410 - 1/3 partes en peso

35. En este sistema la temperatura de cocción no debe sobrepasar los 1400°C. -----

EJEMPLO XXV

Preparación de componentes de molde

Se utiliza como granulado refractario una mezcla en polvo que comprende: - - - - -

- 5. Arena de circonio - 1/3 partes en peso
- Harina de circonio - 1/3 partes en peso
- Granulado de arcilla
 refractaria calcinada - 1/3 partes en peso

- Las proporciones adecuadas son de 140 g de finos
- 10. de magnesia quemada apagada con 1590 g del anterior granulado refractario, junto con 125 ml de Zetabond C y 125 ml de alcohol etílico. El tiempo de fraguado de la suspensión es de unos 100 segundos. Se deja durante 100-120 segundos antes de desmoldear el contramolde. Esto da un molde con buen
 - 15. acabado superficial, buena reproducción de los detalles y también adecuada resistencia después del quemado del disolvente alcohólico. - - - - -

Con 50 g de finos de magnesia quemada apagada, el tiempo de fraguado de la suspensión es de unos 5 minutos. - -

- 20. Puede obtenerse un molde resistente utilizando 140 g de finos de magnesia quemada apagada con 1590 g del anterior granulado refractario, junto con 10,0 g de bórax disuelto en 125 ml de Zetabond C, con 125 ml de alcohol etílico. El tiempo de fraguado de la suspensión es de unos 5

minutos. El molde tiene un buen acabado superficial y una buena reproducción de detalles. Después del quemado del disolvente alcohólico se obtuvo un molde más resistente. - - -

5. Pueden fabricarse moldes, componentes de moldes o noyos por medio de la técnica anterior, en la cual el agregado refractario en polvo se mezcla con el aglomerante para formar una suspensión colable incluyendo las etapas de quemar el disolvente alcohólico que escapa de la superficie del molde tan pronto como la suspensión ha fraguado por solidificación, estando soportado el molde durante el quemado del alcohol de tal forma que exista una circulación libre alrededor de todas las superficies del molde, de modo que el encendido y el quemado del alcohol tenga lugar uniformemente por todas las superficies. Este tipo de proceso se describe en la memoria de la patente británica nº 716.394. Los moldes, componentes de moldes o noyos son adecuados para el recubrimiento de metales y/o aleaciones. - - - - -
- 10.
- 15.

N O T A

20. Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

- 1.- Método de fabricar objetos refractarios configurados, que comprende las etapas de mezclar un polvo re-

fractario con un aglomerante líquido solidificable para formar una suspensión fluida y fluyente, colar la suspensión en un molde y dejarla fraguar en el mismo hasta obtener el requerido "artículo crudo" y desmoldear el artículo crudo para el secado y la cocción subsiguientes, caracterizado porque el aglomerante líquido se basa en una sal acuosa de circonio y contiene - - - - -

5.

(a) una substancia inductora de la solidificación que reacciona con la sal de circonio formando un óxido/hidróxido de circonio que, en las condiciones de reacción, hace fraguar la suspensión para formar una masa rígida y coherente, - -

10.

(b) una substancia de control de la solidificación que retrasa el efecto de reacción y de fraguado de la substancia inductora de la solidificación, siendo dispersadas ambas substancias inductora de la solidificación y de control de la solidificación durante la cocción o dejando después un residuo refractario. - - - - -

15.

2.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque una suspensión de polvo de magnesia calcinada en una mezcla de agua y un alcohol polihídrico actúa a la vez como substancia inductora de la solidificación y como substancia de control de la solidificación. - - - - -

20.

3.- Método según la reivindicación 2, caracterizado además porque el tiempo de solidificación se aumenta aumentando la proporción de alcohol polihídrico y/o reduciendo

25.

do la proporción de magnesia en dicha suspensión. - - - - -

5. 4.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque la sal de circonio es ácida y el agente inductor de la solidificación es un aminoalcohol, morfolina, polvo de magnesia quemada y apagada o una espinela en polvo que contiene magnesia. - - - - -

10. 5.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque la sal de circonio es básica y el agente inductor de la solidificación es el polvo de magnesia quemada y apagada de una espinela en polvo que contiene magnesia.

15. 6.- Método según la reivindicación 4 ó 5, caracterizado porque el agente retardados de la solidificación es una sal de magnesio, un lactato amónico, un cloruro amónico, un compuesto que en disolución forma un ión dipolar o Zwitter, un alcohol polihídrico o un monosacárido y además ácido acético o hidrocioruro de trietanolamina cuando el agente inductor de la solidificación es trietanolamina y un borato de metal alcalino o amonio cuando el agente inductor de la solidificación es un polvo de magnesia quemada y apagada o una espinela en polvo. - - - - -

20.

7.- Método según la reivindicación 2, caracterizado porque a la velocidad de solidificación se reduce por aumento de la proporción del agente retardante de la solidificación. - - - - -

25. 8.- "METODO DE FABRICAR OBJETOS REFRACTARIOS CON-

FIGURADOS". -----

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de cuarenta y cinco hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 23 MAR. 1975

PA: M. CURELL SUÑOL

Alvarez

maf.