

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 776 131**

51 Int. Cl.:

C04B 35/66	(2006.01)
C04B 28/34	(2006.01)
C04B 14/32	(2006.01)
C04B 14/34	(2006.01)
C04B 14/24	(2006.01)
C04B 14/38	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.03.2011 PCT/US2011/029416**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2011 WO11119598**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.03.2011 E 11760064 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.12.2019 EP 2550243**

54 Título: **Composición refractaria**

30 Prioridad:

23.03.2010 US 316602 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.07.2020

73 Titular/es:

**STELLAR MATERIALS, LLC (100.0%)
Suite 310
Boca Raton, FL 33434-4194, US**

72 Inventor/es:

**MINTZ, DAVID y
DECKER, JENS**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 776 131 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición refractaria

5 CAMPO DE LA DESCRIPCIÓN

La presente descripción en general se refiere a una composición refractaria y, en particular, a una composición que tiene AlPO_4 cristalino formado en el aglutinante de composición solo o con otros componentes aglutinantes para producir un artículo con resistencia a la corrosión refractaria excepcional.

10

ANTECEDENTES DE LA DESCRIPCIÓN

Los materiales unidos con cemento en gran parte solo forman enlaces mecánicos a una temperatura ambiente de 20 °Celsius. La adhesión de estos materiales curados a temperatura ambiente se produce debido a la superficie rugosa y, aunque es conveniente unirlos a temperatura ambiente, son relativamente débiles en comparación con el material curado a temperatura elevada y también tienden a sufrir fallas mecánicas durante el calentamiento o cuando están expuestos a tensiones térmicas. Representantes de tales materiales son los refractarios THERMBOND® que se caracterizan por unirse químicamente tanto a los componentes del cemento como a los sustratos existentes. Durante la reacción exotérmica entre el agregado seco y un activador líquido, se produce una unión iónica para formar fosfatos de óxido de metal para proporcionar tanto coherencia como adherencia para impartir mayor resistencia y durabilidad en hornos de alta temperatura químicamente agresivos. Este material se caracteriza por un sistema aglutinante que incluye fosfatos alcalinos para facilitar el fraguado y unión a temperatura ambiente. Desafortunadamente, los fosfatos alcalinos se caracterizan por bajos puntos de fusión que limitan el límite de funcionamiento a alta temperatura para el material resultante. Además, la acidez de los fosfatos alcalinos impide la introducción de una variedad de agentes dispersantes o defloculantes que de otro modo podrían mejorar las propiedades de manipulación de la mezcla de cemento precurada. Como resultado, el reforzamiento del cemento mediante la densificación se excluye en gran medida, ya que a menudo son procedimientos de manipulación deseables, como bombeo o granallado, a menos que se agregue ácido fosfórico adicional para mejorar la fluidez de la mezcla de cemento precurada y extender los tiempos de trabajo. Sin embargo, la adición de más ácido fosfórico altera la relación fosfato:álcali en la mezcla de cemento precurada y, por lo tanto, reduce invariablemente las propiedades de resistencia del cemento formado con ácido fosfórico adicional en relación con una mezcla de cemento precurada fundida que carece de ácido fosfórico adicional. Como resultado de estas limitaciones, los cementos refractarios basados en el sistema aglutinante de fosfato alcalino han tenido una aceptación limitada.

El documento US 5.066.624 describe un compuesto de vibración tixotrópico refractario para el revestimiento de vibración de vasos metalúrgicos. El refractario basado en 62% en peso de silicato de circonio, 30% en peso de bauxita sinterizada, 4,5% en peso de α -alúmina y 2% en peso de sílice amorfa, se prepara mezclando dichos componentes con 1,1% de polvo de metafosfato de aluminio y 1% de silicato de potasio con un molar relación de 1:2,5, correspondiente a un exceso molar de silicato de potasio, y el refractario cocido resultante tiene una resistencia a la compresión en frío de 67 N/mm².

Por lo tanto, existe la necesidad de una composición refractaria que incluya un aglutinante de fosfato con resistencia al álcali refractaria mejorada y propiedades de manipulación superiores. También existe la necesidad de artículos refractarios formados a partir de una composición de este tipo que tenga una vida útil operativa extendida en relación con los artículos refractarios convencionales.

45 RESUMEN DE LA DESCRIPCIÓN

La descripción se refiere a una composición refractaria que comprende: una pluralidad de partículas cerámicas agregadas; un aglutinante sinterizado a dicha pluralidad de partículas cerámicas agregadas, dicho aglutinante comprende ortofosfato de aluminio cristalino distribuido en dicho aglutinante como resultado de la reacción del metafosfato de aluminio con alúmina; y un aditivo no fácil de cemento de aluminato de calcio, silicato de sodio, polifosfato o sales orgánicas.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA DESCRIPCIÓN

La presente invención es tal y como se define en las reivindicaciones.

55

Se proporcionan composiciones refractarias para formar composiciones refractarias inventivas que superan las deficiencias de los materiales refractarios de la técnica anterior y mejoran las características de manipulación y la resistencia del artículo. Una composición refractaria incluye una pluralidad de partículas cerámicas agregadas y un aglutinante sinterizado a la pluralidad de partículas cerámicas agregadas, donde el aglutinante incluye ortofosfato de aluminio cristalino distribuido en el aglutinante como resultado de la reacción del metafosfato de aluminio con alúmina. La pluralidad de partículas cerámicas agregadas incluye opcionalmente partículas de bauxita. En algunas realizaciones de acuerdo con la presente descripción, la pluralidad de partículas cerámicas agregadas incluye al menos una de carburo

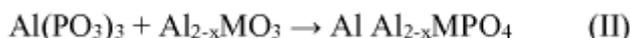
de silicio, sílice pirógena o mullita.

El ortofosfato de aluminio cristalino tiene opcionalmente una estructura cristalina de berlinita. En algunas realizaciones de acuerdo con la presente descripción, el ortofosfato de aluminio cristalino carece de una fase de vidrio amorfo.

5 Las composiciones de acuerdo con la descripción incluyen opcionalmente aditivos fáciles o no fáciles donde un aditivo no fácil es opcionalmente cemento de aluminato de calcio, silicato de sodio, polifosfato o sales orgánicas. Opcionalmente, una composición incluye relleno de fibra de acero.

10 Las composiciones únicas de la descripción proporcionan una mayor resistencia con respecto a las composiciones refractarias de la técnica anterior en las que algunas realizaciones de acuerdo con la presente descripción tienen una densidad mayor o igual al 90% del valor teórico y, opcionalmente, una resistencia al aplastamiento en frío mayor de 100 N/mm².

15 También se describen procedimientos para formar un artículo refractario que incluyen mezclar partículas de metafosfato de aluminio con Al_{2-x}MO₃ en presencia de menos del 10 por ciento en peso de suspensión de agua o un solvente orgánico para formar una mezcla, y calentar la mezcla a una temperatura y durante un tiempo suficiente para inducir la reacción



20 donde M es Sb, Bi, B, Cr (III), Er, Gd (III), In (III), Ni (III), Rh (III), Sm (III), Sc (III), Tb (III), Ti (III), W (III), V (III), Yb (III), o Y (III); y x es un número entre 0 y 2, inclusive. En algunas realizaciones de acuerdo con la presente descripción, la temperatura utilizada para inducir la reacción es mayor de 800 °C.

25 El procedimiento opcionalmente incluye además mezclar una pluralidad de partículas agregadas con dicho particulado de metafosfato de aluminio y Al_{2-x}MO₃. Opcionalmente, al menos un aditivo de cemento de aluminato de calcio, silicato de sodio o polifosfato se agrega a la mezcla antes del calentamiento. Un procedimiento opcionalmente incluye incrustar fibras de acero dentro de la mezcla.

30 Un procedimiento opcionalmente incluye verter la mezcla en un molde que tiene una forma complementaria a un artículo y permitir que la mezcla se seque para formar una pieza de material verde, y calentar el material verde para inducir la reacción. Un molde es opcionalmente un molde de yeso.

Se proporciona un kit opcionalmente para usar en la formación de una composición inventiva donde el kit incluye metafosfato de aluminio y un aditivo no fácil. Opcionalmente, se proporcionan instrucciones con el kit donde las instrucciones son combinar metafosfato de aluminio con alúmina y menos del 10 por ciento de agua o solvente orgánico para fundición y luego cocción a una temperatura superior a 800 °Celsius para formar ortofosfato de aluminio como una fase de matriz aglutinante continua.

40 Un aditivo no fácil opcionalmente comprende cemento de aluminato de calcio, silicato de sodio, polifosfatos de sodio o combinaciones de los mismos. Un kit opcionalmente incluye además un aditivo fácil. En algunas realizaciones de acuerdo con la presente descripción, un kit incluye relleno de fibra de acero.

La presente descripción tiene utilidad como una composición refractaria que incluye una variedad de partículas, fibras y rellenos unidos por un aglutinante formado *en el lugar* que contiene ortofosfato de aluminio cristalino, AlPO₄. Una forma cristalina común de ortofosfato de aluminio es la berlinita. De acuerdo con la presente descripción, se proporciona un kit para producir un aglutinante refractario. El kit incluye metafosfato de aluminio, Al(PO₃)₃, aluminato de calcio, junto con instrucciones para mezclar el contenido con una cantidad de agua y una fuente de agregado refractario, y después del fraguado la cocción para formar un material refractario. Con el agregado refractario que contiene alúmina, Al₂O₃, el metafosfato de aluminio reacciona para formar ortofosfato de aluminio cristalino, AlPO₄. El ortofosfato de aluminio es el

50 producto termodinámico al calentarlo a una temperatura superior a aproximadamente 580 °Celsius con una temperatura de descomposición de aproximadamente 1650 °Celsius. La composición refractaria resultante es susceptible de incorporar materiales de refuerzo tales como fibras de acero y es operativa con partículas agregadas que incluyen carburo de silicio, mullita, alúmina, titanía y combinaciones de las mismas. Dicha composición refractaria se forma fácilmente con una densidad superior al 90%, una densidad teórica y resistencias al aplastamiento en frío superiores a 88 Newtons por milímetro cuadrado. Mediante el control del contenido de agua y los aditivos convencionales, la forma moldeada de un artículo de una composición inventiva tiene suficiente resistencia verde para ser manipulada y opcionalmente mecanizada antes de la cocción para proporcionar un artículo refractario con una resistencia superior y resistencia a los álcalis, en comparación con los materiales convencionales.

60 Un aglutinante inventivo para un material refractario incluye metafosfato de aluminio que es partículas cerámicas agregadas mezcladas y procesadas en condiciones para proporcionar ortofosfato de aluminio como aglutinante cristalino.

El aglutinante ortofosfato de aluminio tiene como fase predominante la berlinita. Se aprecia que el metafosfato de aluminio como precursor de aglutinante puede incluirse en un kit, ya que el metafosfato de aluminio es mucho menos higroscópico en comparación con el ácido fosfórico, tiene un pH más neutro (alrededor de pH 5) y está disponible comercialmente en una variedad de tamaños de malla de partículas. La reacción del metafosfato de aluminio con alúmina (también denominada bauxita en este documento) para formar una fase aglutinante cristalina de ortofosfato de aluminio (también denominada en el presente documento berlinita) se detalla con respecto a la siguiente ecuación:



10 El ortofosfato de aluminio parece ser una fase termodinámicamente estable que se forma al calentar los reactivos a una temperatura superior a aproximadamente 580 °Celsius. Se observa que el ortofosfato de aluminio tiene una temperatura de descomposición de aproximadamente 1650 °Celsius a presión ambiente. Se aprecia que la temperatura de formación del ortofosfato de aluminio varía según las relaciones termodinámicas predecibles cuando la reacción se desarrolla a presiones distintas de la presión atmosférica. Se aprecia que la formación de una composición refractaria de acuerdo con la presente descripción se produce fácilmente cociendo la forma verde de un artículo a través de prensado isostático en caliente (HIP). Se aprecia que un ortofosfato de metal mixto se forma fácilmente de acuerdo con la reacción:



20 donde M es Sb, Bi, B, Cr (III), Er, Gd (III), In (III), Ni (III), Rh (III), Sm (III), Sc (III), Tb (III), Ti (III), W (III), V (III), Yb (III), o Y (III); y x es un número entre 0 y 2, inclusive.

El ortofosfato de metal mixto resultante producido de acuerdo con la Ecuación (II), además de ser operativo como aglutinante para una composición refractaria, también se considera operativo en aplicaciones catalíticas y de fósforo.

25 La cantidad de metafosfato de aluminio presente para formar una matriz alrededor de partículas cerámicas refractarias depende de factores que incluyen el tamaño de las partículas cerámicas, la separación entre partículas deseada, la morfología, el tamaño de los cristales primarios y el estado del óxido. Típicamente, el metafosfato de aluminio está presente entre 2 y 20 por ciento en peso total de la suspensión de fundición de composición refractaria completamente formulada. Preferentemente, la alúmina está presente en exceso de la estequiometría molar del metafosfato de alúmina. Se aprecia que la alúmina está presente como partículas cerámicas agregadas o, alternativamente, se agrega como una cantidad menor de las partículas cerámicas para la reacción con el metafosfato de alúmina.

35 Para facilitar la mezcla del agregado de partículas cerámicas y el metafosfato de alúmina como precursor del aglutinante, se agrega una cantidad de agua o solvente orgánico para proporcionar una suspensión de una viscosidad deseada. Dichos solventes orgánicos incluyen ilustrativamente alcoholes, cetonas, ésteres, éteres, amidas, aminas, glicoles, alcanos y similares. Preferiblemente, tales solventes orgánicos son líquidos por debajo de 200 °Celsius y preferiblemente son líquidos a 20 °Celsius. Las cargas típicas de agua o solventes varían del 2 al 20 por ciento en peso total de una suspensión de composición refractaria completamente formulada. Opcionalmente, se incluyen aditivos que se consumen durante la formación de berlinita, estos aditivos se proporcionan para promover la facilidad de manejo. Tales aditivos ilustrativamente incluyen tensioactivos; monómeros u oligómeros orgánicos polimerizables, desfloculantes; polímeros y ácidos orgánicos como cítrico y oxálico. Mientras que un experto habitual en la técnica puede ajustar fácilmente la viscosidad de la suspensión y la resistencia verde mediante la inclusión de tales aditivos, típicamente cada uno de dichos aditivos está presente en 0,01-5 por ciento en peso total de una suspensión de composición refractaria completamente formulada. Se aprecia que la inclusión de materiales polimerizables monoméricos u oligoméricos orgánicos que después del curado pueden mejorar la resistencia verde de la composición antes de la cocción o reacción de acuerdo con la Ecuación (I) o (II). El polímero resultante se descompone y, por lo tanto, no está presente en la composición refractaria resultante. Ejemplos de tales polímeros orgánicos son los ácidos acrílicos, los acrilatos, los polietilenglicoles y los éteres de policarboxilato, que se agregan como precursores poliméricos o polímeros preformados solubles en suspensión.

50 Las propiedades de manejo de una suspensión de composición refractaria de la invención y la resistencia verde de una composición de la invención después del secado también se modifican mediante la inclusión de aditivos no fáciles. Si bien la cantidad de dichos aditivos no fáciles está controlada por factores que incluyen la resistencia verde deseada, la composición refractaria, el entorno de trabajo, la temperatura y la corrosividad, la resistencia deseada al aplastamiento en frío y el tiempo de fraguado, el tiempo de trabajo y el tiempo de curado, las cargas típicas de dichos aditivos no fáciles varían de 0,1 a 10 por ciento en peso total de una suspensión de composición refractaria completamente formulada. Los aditivos no fáciles representativos operativos en este documento incluyen cemento de aluminato de calcio, silicato de sodio, sílice pirógena, polifosfatos de metales alcalinos o alcalinotérreos, y sales orgánicas como ácidos cítrico, oxálico o nítrico, cemento de silicato de calcio, silicato de potasio, silicato de litio. Preferentemente, el aditivo no fácil está presente

en una cantidad tal que el ortofosfato de aluminio forma una fase de matriz continua.

El agregado de partículas cerámicas incrustado dentro de un aglutinante de ortofosfato de aluminio de acuerdo con la presente descripción está limitado solo por las propiedades deseadas de la composición refractaria resultante y la compatibilidad con el aglutinante de ortofosfato de aluminio. Los agregados de partículas cerámicas operativas en la presente descripción ilustrativa incluyen bauxita, alúmina tabular, mullita, carburo de silicio, sílice fundida, rutilo y andalusita, silimanita, magnesita, forsterita, cianita, espinela de Mg y óxido de cromo. Las cargas típicas de partículas cerámicas agregadas varían de 50 a 95 por ciento en peso de una suspensión de composición refractaria completamente formulada. Los tamaños típicos de partículas agregadas varían de 0,1 a 1000 micrones. Se aprecia que las partículas agregadas pueden estar en una variedad de formas que incluyen esféricas, poliédricas, irregulares y combinaciones de las mismas.

Una formulación inventiva incluye opcionalmente fibras de refuerzo tales como fibras de acero como se detalla en la patente estadounidense n.º 4.366.255. Las cargas típicas de fibras son del 0 al 50 por ciento en peso total de una suspensión de composición refractaria. Otros rellenos de fibra de refuerzo operativos aquí incluyen fibras de carbono con el reconocimiento de que la cocción se produce en una atmósfera reductora.

La presente descripción se detalla adicionalmente con respecto a los siguientes ejemplos no limitantes. Estos ejemplos no pretenden limitar el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

Ejemplo 1

Se mezcló metafosfato de aluminio al 5% en agregado de bauxita junto con 4½ por ciento en peso total de agua y polietilenglicol al 0,1% que tenía un peso molecular de más de 300 gramos por mol. Después de secar y cocer a 800 °Celsius durante 5 horas, se obtuvo una cerámica que tenía una fase de matriz aglutinante continua de ortofosfato de aluminio cristalino según se determina por difracción de rayos x en polvo.

Ejemplo 2

La suspensión del Ejemplo 1 se modificó para incluir 5% en peso de suspensión de cemento de aluminato de calcio con resultados comparables.

Ejemplo 3

A la suspensión del Ejemplo 2, se añadió silicato de sodio seco al 0,015 por ciento total. Se observa un aumento en la resistencia verde y un tiempo de fraguado más rápido que facilitó el desmoldeo y también produjo una fase de matriz cristalina de ortofosfato de aluminio cristalino.

Ejemplo 4

A la suspensión del Ejemplo 1, se añadió 0,015 por ciento en peso total de silicato de sodio seco para lograr un aumento de la resistencia verde sin recurrir al cemento de aluminato de calcio según el Ejemplo 3. Una formulación que contiene 88% de peso total de la suspensión de bauxita, 0,015% de silicato de sodio seco, 5% de metafosfato de aluminio, 0,1% de polietilenglicol y el resto de agua. Después de cocer a 800 °C, se obtuvo una resistencia al aplastamiento en frío de 200 N/mm². Para determinar el cambio lineal permanente y el material refractario resultante, la suspensión se coció a temperaturas de 1100 °C, 1370 °C y 1600 °C. El cambio lineal permanente a 1100 °Celsius fue de 0,0%, -0,2% de contracción a 1370 °Celsius, y -0,2% de contracción a 1600 °Celsius. Los resultados confirman que el sistema de ortofosfato de aluminio no crea una fase de fusión significativa.

Se realizaron pruebas de módulo de ruptura en caliente sobre material cocido a 800 °Celsius. El módulo de ruptura en caliente es el siguiente para las temperaturas de prueba indicadas: 815 °Celsius (38 N/mm²); 1100 °Celsius (35 N/mm²); y 1200 °Celsius (22 N/mm²).

La densidad del material en cuatro pruebas separadas osciló entre 181,7 y 183,1 libras por pie cúbico.

Ejemplos 5-8

Las suspensiones se formularon de acuerdo con la Tabla 1 junto con el 0,15% de silicato de sodio seco. Las lechadas resultantes fluyeron por sí mismas y al cocer a 815 °C se obtuvieron las resistencias al aplastamiento en frío proporcionadas en la Tabla 1. Los resultados para el material del Ejemplo 4 se proporcionan como referencia.

Tabla 1. Suspensiones y resistencias al aplastamiento en frío (C.C.S. en N/mm² medido a 800 °C) para los Ejemplos 5-8. Las cantidades se expresan en porcentaje en peso de la suspensión, con la excepción del % en peso de alúmina como

porcentaje en peso del agregado base y cualquier alúmina calcinada añadida.

Eje.	Agregado base	% en peso de alúmina dentro del agregado base	Sílice ahumada	Cemento CaO Al ₂ O ₃	Aluminio-Metafos.	Alúmina Calcinada	H ₂ O	Silicato de sodio	Poliet -Gli	C.C.S 800C
4	Bauxita 70%	88% alúmina	5	---	5	20	4,5	0,015	0,1	220
5	Mullita 67%	70% alúmina	5	3	5	20	6	0,015	0,1	150
6	Alúmina tabular 72%	95% alúmina	---	3	5	20	6	0,015	0,1	125
7	SiC 70%	70% de SiC	8	3	5	14	5,5	0,015	0,1	110
8	Sílice fundida 65%	70% de SiO ₂	5	-	5	20	6,5	0,015	0,1	50

Los refractarios se clasifican según el agregado utilizado y la composición química. La tabla anterior muestra minerales base agregados como "bauxita" o "mullita". Ambos minerales contienen, por ejemplo, una cierta cantidad de alúmina, que es un criterio para la refractariedad de estos minerales. Además de la alúmina como componente mineral de la bauxita o la mullita, también hay alúmina adicional en forma de alúmina calcinada en las formulaciones para obtener características de flujo y resistencias, particularmente resistencias al calor y además hay alúmina en aluminio-metafosfato y cemento de aluminato de calcio. En el Ejemplo 4, el contenido total de alúmina suma hasta 88% de alúmina. El humo de sílice es un aditivo que llena poros submicrométricos y mejora las características de flujo y reduce el contenido de agua al mismo tiempo. Es SiO₂ casi 100% puro. El ejemplo 8 contiene 65% de sílice fundida, pero el contenido total de SiO₂ es del 70% debido al 5% de SiO₂ de humo de sílice.

Ejemplo 9

15 La suspensión del ejemplo 4 se fundió en un molde de yeso y también se coció a 815 °Celsius. En la tabla 2 se proporcionan los resultados del módulo caliente de ruptura, porosidad y densidad para el moldeo realizado en un molde de yeso en relación con un molde acrílico no permeable como se usa en el Ejemplo 4.

20 Tabla 2. Propiedades refractarias moldeadas con yeso y las de algunas suspensiones fundidas en un molde acrílico.

Ejemplo 9		Ejemplo 4
Porosidad después de 1500F:	7%	en comparación con 12% -14% en una muestra de fundición regular
HotMOR después de 1500F:	48 N/mm ²	en comparación con 37 N/mm ² en una muestra de fundición regular
Densidad después de 1500F:	196 lb/pie ³	en comparación con 184 lbs/pie ³ en un material de fundición regular

25 En base a estos resultados, la composición del Ejemplo 4 se usó en colaje en molde de yeso para formar placas de abrasión para uso en quemadores de carbón o tubos de caldera; segmentos de lavado, bloques de extracción, compuertas deslizantes de cucharón para forja de acero, placas de desgaste para cucharas y lavadoras, y segmentos de desgaste en recipientes que contienen metal para aluminio, cobre, zinc, plomo, hierro fundido u otros materiales. Después de retirar una pieza de material verde del molde de yeso, el material verde tenía la resistencia suficiente para poder someterse a mecanizado adicional antes de la cocción. Además, debido al bajo contenido de agua en comparación con el colaje en molde de yeso convencional, la contracción entre una forma de molde y el artículo cocido fue mínima. Se produjo un secado a 105 °C para volatilizar el agua de la suspensión antes de la cocción. Se coció rápidamente una moldura y se observó que tenía una resistencia en verde de 33 N/mm² después de secar a 104 °Celsius: 63 N/mm² y después de cocción a 815 °Celsius: 162 N/mm². El material resultante se sometió a una prueba de copa Alcoa y se calificó como excelente/buena.

Ejemplo 11

Una suspensión que contiene 70% de SiC, 5% de AMP como aglutinante de alta temperatura y 3% de cemento de aluminato de calcio como aglutinante para temperatura ambiente.

Con un contenido de agua del 4,5% y un aditivo defloculante, esta mezcla fluía automáticamente. Se realizaron las siguientes pruebas: pruebas de densidad, C.C.S. y módulo de ruptura. La siguiente tabla muestra los resultados y la comparación con productos de SiC de la competencia unidos con cemento reconocidos en el mercado:

10

Producto/Empresa	C.C.S. 815°C	HotMOR	Densidad 1100F	Abrasión CC	Cont. de SiC
Ceramite® CSA	176 N/mm ²	29 M/mm ²	162 lb/pie ³	n.a.	75%
Resco Vibcast® 80	132 N/mm ²	37 N/mm ²	163 lb/pie ³	<5 cc	80%
Ejemplo 11	169 N/mm ²	48 N/mm ²	163 lb/pie ³	2-5 cc	70%

En el caso del ejemplo 11, la composición de la suspensión era, en peso, metafosfato de aluminio al 5%, humo de sílice al 5%, cemento de aluminio y calcio al 3%, alúmina calcinada al 12%. Las propiedades de las cerámicas basadas en carburo de silicio disponibles comercialmente se proporcionan como ejemplos comparativos.

15

Ejemplo 12

Se llenó una forma de prueba más grande con 15 libras de fibra de acero en una forma. Los vacíos se llenaron con 29 libras de suspensión. La suspensión contenía 61% de alúmina calcinada, 13% de sílice de humo, 13% de cemento de aluminato de calcio, 15% de AMP y se mezcló con 15% de agua, lo que dio como resultado un contenido de fibra de acero del 37% en la forma cocida. Después de un tiempo de fraguado de 4 horas y cocción a 815 °C, se observó una resistencia al aplastamiento en frío de 132 N/mm² y un módulo de ruptura de 13. Es de notar que la suspensión no contenía ningún agregado por encima de 45 micras que hubiera contribuido a la resistencia del artículo cocido.

20

REIVINDICACIONES

1. Una composición refractaria que comprende:
 - 5 una pluralidad de partículas cerámicas agregadas;
un aglutinante sinterizado a dicha pluralidad de partículas cerámicas agregadas, dicho aglutinante comprende ortofosfato de aluminio cristalino distribuido en dicho aglutinante como resultado de la reacción del metafosfato de aluminio con alúmina; y
un aditivo no fácil de cemento de aluminato de calcio, silicato de sodio, polifosfato o sales orgánicas.
- 10 2. La composición de la reivindicación 1, donde dicha pluralidad de partículas cerámicas agregadas comprende partículas de bauxita o incluye al menos una de carburo de silicio, sílice pirógena o mullita.
3. La composición de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, donde dicho ortofosfato de aluminio cristalino
15 tiene una estructura cristalina de berlinita o carece de una fase de vidrio amorfo.
4. La composición de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, donde la composición tiene una densidad mayor o igual al 90% de la densidad teórica y una resistencia al aplastamiento en frío mayor que 100 N/mm².
- 20 5. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición refractaria está hecha de una suspensión que comprende 2-20 por ciento en peso de agua o solvente.
6. La composición de la reivindicación 5, en donde la suspensión comprende entre 2 y 20 por ciento en peso de metafosfato de aluminio.
- 25 7. La composición de la reivindicación 5 o 6, en donde la suspensión comprende alúmina en exceso de la estequiometría molar del metafosfato de aluminio.
8. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el ortofosfato de aluminio se
30 forma como una matriz aglutinante continua, cociendo a una temperatura superior a 800 °C.