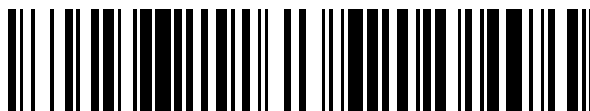


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 464 782**

51 Int. Cl.:

C23C 4/18 (2006.01)

C23C 4/10 (2006.01)

C23C 24/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2004 E 04004147 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.04.2014 EP 1452618**

54 Título: **Placa metálica refractaria revestida con una capa de superficie de óxido, y soporte de carga para sinterización que la utiliza**

30 Prioridad:

25.02.2003 JP 2003047980

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

04.06.2014

73 Titular/es:

**A.L.M.T. CORP. (100.0%)
23-5, KITA-UENO 2-CHOME
TAITO-KU, TOKYO 110-0014, JP**

72 Inventor/es:

**FUKAYA, YOSHITAKE;
YOSHIDA, HIROSHI y
KATOH, MASAHIRO**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 464 782 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

Placa metálica refractaria revestida con una capa de superficie de óxido, y soporte de carga para sinterización que la utiliza

5 La presente solicitud reivindica prioridad a la anterior solicitud Japonesa JP 2003-47.980, cuya descripción se incorpora en la presente memoria por referencia.

Antecedentes de la invención

10 La presente invención se refiere a un soporte de carga que se usa en sinterización y que tiene una capa de revestimiento de óxido, que se usa en componentes de sinterización, y un método de producción del mismo, y además, se refiere a una placa metálica refractaria con una capa de revestimiento de óxido, y a un método de producción de la misma.

En los últimos años, se ha puesto en práctica la producción de componentes y objetos de procesado de serie de hierro, de serie de cobre, y de serie de tungsteno por medio de moldeo por inyección de metal (al que se hará referencia de aquí en adelante como "MIM") y, a raíz de ello, se han incrementado las demandas funcionales para un soporte de carga usado en la sinterización.

15 De manera convencional, a menudo se han usado materiales resistentes a altas temperaturas, tales como Al_2O_3 (al que se hará referencia de aquí en adelante como "alúmina") y SiO_2 (al que se hará referencia de aquí en adelante como, "sílice"), para el soporte usado en la sinterización.

20 Sin embargo, en el caso del material resistente a altas temperaturas, tal como alúmina o sílice, el espesor de las placas se debe establecer en, por ejemplo, 10 a 15 mm para ser resistente al choque térmico o a la deformación debido al peso de los objetos de procesado. En la presente memoria, el objeto de procesado puede ser un objeto a tratar por sinterización o calentamiento. Por otro lado, cuando se usa esta placa gruesa resistente a altas temperaturas, la cantidad de carga/sinterización de los objetos es limitada, y, además, se requiere una enorme energía para elevar la temperatura de un horno de sinterización, y se requiere mucho tiempo para reducirla debido a la pequeña conductividad térmica de la placa.

25 Para su solución, se ha exigido que un soporte de carga usado en la sinterización tenga un espesor reducido para permitir un aumento del volumen de la carga de los objetos de procesado, y además, que además mantenga la característica de una placa convencional de la resistencia a la deformación retardada a altas temperaturas.

Una placa está hecha de un metal refractario, tal como molibdeno o tungsteno, de modo que la placa sea excelente en la característica de la resistencia a la deformación retardada a altas temperaturas.

30 Como placa con resistencia al calor, en los Documentos de Patente JP-A-S61-143548, JP-A-S63-157832, y JP-A-S63-192850, a los que de aquí en adelante se hará referencia como referencia 1, referencia 2, y referencia 3, respectivamente, se ha propuesto una placa de molibdeno. La referencia 1 describe una placa de molibdeno hecha de un metal de molibdeno puro sin material dopante, con un tamaño de superficie de disco que es de 15 mm a 150 mm, y provista con granos de cristal que representan 1/5 o más del espesor en la dirección del espesor de la placa.

35 Por otra parte, las referencias 2 y 3 cada una describe una placa de molibdeno que contiene óxidos de lantano dispuestos en una dirección sustancialmente perpendicular a una dirección del espesor de la placa y, en particular, la referencia 3 describe la placa de molibdeno en donde los granos de cristal exhiben una estructura de enclavamiento.

40 Sin embargo, cuando se usa la placa de molibdeno en bruto mientras se pone en contacto con los productos producidos por medio de MIM para la sinterización de los mismos, los productos producidos por medio de MIM a procesar se funden y se adhieren a la superficie de la placa de molibdeno haciendo que el rendimiento de los productos sinterizados sea extremadamente pobre.

45 A la vista de esto, se propone una placa de molibdeno provista de una capa inhibidora de la adherencia sobre la superficie de la misma, por ejemplo, en los Documentos de Patente JP-A-2002-47581 y JP-B-2764085, a los que se hará referencia de aquí en adelante como referencias 4 y 5, respectivamente. La referencia 4 describe que una placa de molibdeno dopada con lantano u óxidos de lantano que está enterrada en polvos de una mezcla de al menos uno de aluminio, cromo y titanio, alúmina para llevar a cabo un tratamiento térmico de reducción para de esta manera difundir los elementos metálicos hacia el interior de la placa de molibdeno desde la superficie, y a continuación, se aplica un tratamiento térmico a la misma en una atmósfera oxidante de modo que se forma una
50 capa de óxido sobre la superficie de la misma como la capa inhibidora de la adherencia.

Por otra parte, la referencia 5 describe que, por pulverización de plasma de polvo de molibdeno, y a continuación, polvo de alúmina según un método de pulverización de plasma de materiales cerámicos, se forma una capa de alúmina sobre la superficie de una placa de molibdeno puro a través de una capa de material compuesto de molibdeno y alúmina.

El Documento de Patente JP-A-2000-516666, al que se hará referencia de aquí en adelante como referencia 6, describe una sustancia matriz que consiste en metales refractarios y un revestimiento protector de la oxidación hecho de siliciuros o aluminuros. En la sustancia matriz, se forma una capa barrera de reacción entre la sustancia y el revestimiento protector de la oxidación por medio de pulverización de plasma.

- 5 De manera convencional, ha habido un caso donde se usa el material resistente a altas temperaturas, tal como alúmina o sílice, para una placa que se usa en sinterización de objetos o componentes de serie de hierro, de serie de cobre, o de serie de tungsteno producidos por medio de MIM o similar, y un caso donde se usa el material resistente a altas temperaturas, tal como molibdeno o tungsteno, para tal placa.

10 En el primer caso, donde se usa el material resistente a altas temperaturas, tal como alúmina o sílice, se debe establecer un espesor de la placa en, por ejemplo, 10 a 15 mm para la resistencia al choque térmico o a la deformación debido al peso de los objetos de procesado. En consecuencia, ha habido un problema que cuando el espesor de la placa es grande, se reducen las grandes cantidades de los objetos de procesado, se requiere mucha energía para elevar la temperatura en la sinterización, y además, se requiere mucho tiempo para que se enfríe debido a su pequeña conductividad térmica y gran calor específico.

15 En el último caso, debido a que los objetos de procesado y la placa se adhieren entre sí por la sinterización, se interpone entre ambos alúmina o similar en forma de polvo o de hojas. Sin embargo, el polvo de alúmina o similar se adhiere a los objetos de procesado por adherencia de modo que se requiere mucha mano de obra para retirarlo antes y después del proceso de sinterización.

20 Además, cuando se calienta hasta 500 °C o más en atmósfera oxidante, la placa de molibdeno se oxida de forma extrema y sublima, y por lo tanto, no se puede usar para la sinterización en aire.

Como se describe en las referencias 4 y 5, se ha propuesto formar la capa de óxido o la capa de material cerámico sobre la superficie de la placa de molibdeno con el fin de impedir la adherencia por fusión de los objetos de procesado. Sin embargo, el proceso de formación es complicado y laborioso.

25 Cuando el molibdeno está presente en la capa más exterior de una pluralidad de capas de superficie, los productos producidos por medio de MIM están sometidos a adherencia por fusión a la misma. Además, en la medida en que la capa que contiene molibdeno está pulverizada por plasma como una capa inferior, incluso si la capa más exterior no contiene molibdeno, el molibdeno es capaz de entrar en la superficie más exterior debido a la difusión o similar, de modo que surge un caso donde no se puede impedir la adherencia por fusión entre los productos producidos por medio de MIM y el soporte de molibdeno.

30 **Compendio de la invención**

Es un objeto de la presente invención proporcionar una placa metálica refractaria que sea capaz de impedir la adherencia por fusión de un producto producido por medio de MIM en la sinterización del mismo, y que sea, por la reducción del espesor de una placa de la misma, capaz de ahorrar la energía y el tiempo usados en gran medida para la calefacción y refrigeración de modo que sea de un gran efecto económico.

35 Es otro objeto de la presente invención proporcionar una placa metálica refractaria con una excelente propiedad de depósito del ligante y unas excelentes características de sinterización, al proporcionar una capa de revestimiento de óxido porosa y suave.

40 "Excelentes características de sinterización" significa que el cuerpo sinterizado tiene una superficie lisa y plana y de alta densidad debido a que la superficie lisa de la capa de revestimiento de óxido disminuye la resistencia a la fricción de la contracción por sinterización.

Es aún otro objeto de la presente invención proporcionar un método de producción de las placas metálicas refractarias anteriores.

45 Es aún otro objeto de la presente invención proporcionar un soporte de carga usado en la sinterización que pueda impedir que el inhibidor de la adherencia en forma de polvo de alúmina o similar se adhiera a un producto de modo que no se requiera un tratamiento posterior para lograr un efecto económico.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar un soporte de carga usado en la sinterización, en donde, durante la sinterización de un material de serie de hierro, un material base de la placa no reaccione con los componentes, tales como el níquel, contenidos en el material de serie de hierro de modo que no se degrade el rendimiento de la placa.

50 Es un objeto adicional más de la presente invención proporcionar una placa metálica refractaria que usa un material de placa de molibdeno o similar, y que se puede usar incluso en atmósfera oxidante.

Es un objeto adicional más de la presente invención proporcionar un método de producción de la placa metálica refractaria anterior.

Es otro objeto de la presente invención proporcionar un soporte de carga que se usa en sinterización y que usa la placa metálica refractaria anterior.

5 Para lograr los objetos anteriores, la presente invención se configurada de tal manera que, para la obtención de un soporte de carga que se usa en sinterización y que tiene una capa de revestimiento de óxido en donde no está expuesto un material base de la placa, se establece un tamaño de grano de al menos un tipo de polvo de óxido en 10 μm o menos, para de este modo mejorar la característica de sinterización del óxido de modo que la capa de óxido se adhiera fuertemente a una temperatura igual a o inferior a la del punto de fusión.

10 Según un aspecto de la presente invención, se proporciona una placa metálica refractaria según la reivindicación 1 que comprende una capa de revestimiento de óxido formada por deposición de polvo de óxido de al menos uno de, o una mezcla de polvos de óxido de dos o más de alúmina, sílice, ZrO_2 (al que se hará referencia de aquí en adelante como "óxido de circonio"), Y_2O_3 (al que se hará referencia de aquí en adelante como "óxido de itrio"), TiO_2 (al que se hará referencia de aquí en adelante como "óxido de titanio"), MgO (al que se hará referencia de aquí en adelante como "óxido de magnesio"), y CaO (al que se hará referencia de aquí en adelante como "óxido de calcio") sobre al menos una superficie de un metal compuesto de uno de molibdeno, y una aleación de molibdeno. En el 15 aspecto de la presente invención, la capa de revestimiento de óxido que tiene una superficie porosa cubre la totalidad de la al menos una superficie a efectos de inhibir la exposición de un material base, siendo la exposición de un metal base igual a o menor del 1 % de una unidad de superficie de la capa de revestimiento de óxido.

20 Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método de producción de la placa metálica refractaria anterior. El método según la reivindicación 9 comprende la etapa de formar una capa de revestimiento de óxido sobre una superficie de una placa por la aplicación de una de las sub-etapas de (a) formar una suspensión por la mezcla del óxido con un disolvente, pintar la suspensión con una brocha o pulverizar la suspensión sobre un material base, secar la suspensión sobre el material base, y a continuación, aplicar un proceso de fusión a una temperatura dependiente de un tamaño de grano de los óxidos a depositar para formar una capa de revestimiento de óxido, (b) formar una capa de revestimiento de óxido por pulverización de plasma, y (c) formar una capa de 25 revestimiento de óxido por el uso de un adhesivo resistente a altas temperaturas, y a continuación, aplicar un tratamiento térmico a efectos de depositarlo para formar la capa de revestimiento de óxido.

Según otro aspecto más de la presente invención (reivindicación 12), se proporciona un método de producción de un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria obtenida por el uso del método anterior.

30 Según un aspecto adicional de la presente invención (reivindicación 8), se proporciona un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria anterior.

35 Según un aspecto adicional más de la presente invención, se proporciona una placa metálica refractaria que comprende una placa con una capa de revestimiento de óxido formada por el depósito de polvo de óxido de al menos uno de, o una mezcla de polvos de óxido de dos o más de alúmina, sílice, óxido de circonio, óxido de itrio, óxido de titanio, óxido de magnesio, y óxido de calcio sobre al menos una superficie de la placa. En la placa metálica refractaria, la placa es una placa de molibdeno con una composición del 99,9 % o más de pureza y con una característica resistente a la deformación a altas temperaturas. Un tamaño de un grano de cristal en forma de disco contenido dentro de la placa de molibdeno es tal que la relación de un diámetro relativo más largo a diámetro más corto de una superficie del disco es de cuatro o menos, un diámetro de una superficie del disco de la placa de molibdeno es de 15 mm a 150 mm, y los granos de cristal representan un 1/5 o más del espesor en la dirección del 40 espesor de la placa de molibdeno.

Según un aspecto adicional más de la presente invención, se proporciona un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria anterior.

45 Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método de producción de la placa metálica refractaria anterior. El método comprende la etapa de formar una capa de revestimiento de óxido sobre una superficie de una placa por la aplicación de una de las sub-etapas de (a) formar una suspensión por la mezcla del óxido con un disolvente, pintar la suspensión con una brocha o pulverizar la suspensión sobre un material base, secar la suspensión sobre el material base, y a continuación, aplicar un proceso de fusión a una temperatura dependiente de un tamaño de grano de los óxidos a depositar, (b) formar la capa de revestimiento de óxido por pulverización de plasma, y (c) formar una capa de revestimiento de óxido por el uso de un adhesivo resistente a 50 altas temperaturas, y a continuación, aplicar un tratamiento térmico a efectos de depositar una capa de revestimiento de óxido sobre un material de placa.

Según otro aspecto más de la presente invención, se proporciona un método de producción de un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria obtenida usando el método anterior.

55 Según un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona una placa metálica refractaria que comprende una placa con una capa de revestimiento de óxido formada por el depósito de polvo de óxido de al menos uno de, o una mezcla de polvos de óxido de dos o más de alúmina, sílice, óxido de circonio, óxido de itrio, óxido de titanio, óxido de magnesio, y óxido de calcio sobre al menos una superficie de la placa, en donde la placa tiene una

composición de 0,1 a 1,0 % en peso de lantano u óxidos de lantano con el resto compuesto de molibdeno, tiene una estructura que se extiende en una dirección sustancialmente fija, y es pequeña en la cantidad de deformación a una temperatura elevada.

5 Según un aspecto adicional más de la presente invención, se proporciona un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria anterior.

10 Según un aspecto adicional más de la presente invención, se proporciona un método de producción de la placa metálica refractaria anterior. En el método, el método comprende la etapa de formar una capa de revestimiento de óxido por la aplicación de una de las sub-etapas de (a) formar una suspensión por la mezcla del óxido con un disolvente, pintar la suspensión con una brocha o pulverizar la suspensión sobre un material base, secar la suspensión sobre el material base, y a continuación, aplicar un proceso de fusión a una temperatura dependiente de un tamaño de grano de los óxidos a depositar, (b) formar la capa de revestimiento de óxido por pulverización de plasma, y (c) formar una capa de revestimiento de óxido por el uso de un adhesivo resistente a altas temperaturas, y a continuación, aplicar un tratamiento térmico a efectos de depositar la capa de revestimiento de óxido.

15 Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método de producción de un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria obtenida por el uso del método anterior.

Según aún otro aspecto más de la presente invención, se proporciona un soporte de carga que se usa en sinterización y que comprende la placa metálica refractaria anterior.

Breve descripción de los dibujos

20 La Figura 1 es una microfotografía (ampliación 150) que muestra una estructura de un ejemplo de una superficie de deposición de una capa de revestimiento de óxido de un soporte de carga usado en la sinterización según la presente invención, en donde se muestra el estado de la superficie de deposición por polvo grueso de óxido (Al_2O_3 - 43 % en peso de ZrO_2);

25 La Figura 2 es una microfotografía (ampliación 150) que muestra una estructura de un ejemplo de una superficie de deposición de una capa de revestimiento de óxido de un soporte de carga usado en la sinterización según la presente invención, en donde se muestra el estado de la superficie de deposición por polvo fino de óxido (Al_2O_3 - 43 % en peso de ZrO_2);

30 La Figura 3 es una microfotografía (ampliación 150) que muestra una estructura de un ejemplo de una superficie de deposición de una capa de revestimiento de óxido de un soporte de carga usado en la sinterización según la presente invención, en donde se muestra el estado de la superficie de deposición por una mezcla de polvos finos y gruesos de óxido (Al_2O_3 - 43 % en peso de ZrO_2);

La Figura 4 es un diagrama que muestra una rugosidad superficial de una superficie no pulida de la superficie de deposición (Al_2O_3);

La Figura 5 es un diagrama que muestra una rugosidad superficial de una superficie pulida de la superficie de deposición (Al_2O_3);

35 La Figura 6 es una microfotografía que muestra el estado de la superficie de deposición en la Figura 5;

La Figura 7A es un diagrama que muestra a modo de ejemplo una influencia de una rugosidad superficial de una capa de revestimiento en un cuerpo producido por medio de MIM sinterizado en la muestra 8 de la presente invención;

40 La Figura 7B es un diagrama que muestra a modo de ejemplo una influencia de una rugosidad superficial de una capa de revestimiento en un cuerpo producido por medio de MIM sinterizado en la muestra de referencia 17;

La Figura 8A es una microfotografía comparativa que muestra el estado de una estructura de la superficie de alúmina después de un tratamiento térmico a 1.800 °C cuando el tamaño de grano del polvo es 75 μm ;

La Figura 8B es una microfotografía comparativa que muestra el estado de una estructura de la superficie de alúmina después de un tratamiento térmico a 1.800 °C cuando el tamaño de grano del polvo es 1 μm .

45 La Figura 9A es una vista para su uso en la explicación de un ejemplo que inserta cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados en un horno según la presente invención; y

La Figura 9B es una vista para su uso en la explicación de un ejemplo de la muestra comparativa 20 que se inserta en el horno según la presente invención.

Descripción de las realizaciones preferidas

La presente invención se describirá con más detalle.

5 Según la presente invención, se configura una placa metálica refractaria de tal manera que se deposita polvo de óxido de al menos uno de, o una mezcla de polvos de óxido de dos o más de alúmina, sílice, óxido de circonio, óxido de itrio, óxido de titanio, óxido de magnesio, y óxido de calcio sobre molibdeno, o su aleación, que es un material resistente a altas temperaturas, a efectos de transformarse en una capa de revestimiento de óxido, y la superficie de deposición del mismo cubre completamente al molibdeno, o a su aleación que es un material base. En la presente memoria, la aleación contiene molibdeno como elemento principal. Aunque la "placa" metálica refractaria se describe como un componente metálico refractario usado para la sinterización en la presente memoria descriptiva, el componente metálico refractario se puede usar en forma de una bandeja, una caja, un contenedor, y una placa de soporte.

10 Como un método de depósito, se puede emplear la cocción en un tratamiento a alta temperatura, la pulverización de plasma, o la adherencia usando un adhesivo resistente a altas temperaturas. Al usar un material resistente a la deformación a altas temperaturas, un espesor de una placa del mismo, que en el caso de material convencional resistente a altas temperaturas del tipo alúmina o sílice era de 10 a 15 mm, se puede reducir a aproximadamente 1 a 2 mm, en donde la anterior capa de óxido está firmemente adherida sobre la placa de molibdeno o similar, a una parte de contacto con un objeto de procesado. De los óxidos usados a continuación, un tamaño de grano de al menos un tipo de polvo de óxido se establece en 10 μm o menos para de ese modo mejorar la característica de sinterización de los óxidos a efectos de que la capa de óxido se pueda adherir fuertemente a la placa de molibdeno o similar a una temperatura igual o inferior que la del punto de fusión.

15 En la descripción de la presente memoria descriptiva, a un polvo con un tamaño de grano de 10 μm o menos se le hará referencia como un polvo de grano fino, mientras que a un polvo con un tamaño de grano de más de 10 μm se le hará referencia como un polvo de grano grueso.

20 Ahora, los ejemplos de la presente invención se describirán con referencia a los dibujos, en donde un soporte de carga de molibdeno usado en la sinterización se usa como una placa metálica refractaria, pero se entiende fácilmente que la presente invención no está limitada a la misma.

25 En la realización preferida, como óxido son a modo de ejemplo alúmina, sílice, óxido de circonio, óxido de itrio, óxido de titanio, óxido de magnesio y óxido de calcio. Sin embargo, en la presente invención, el óxido no se limita a los óxidos ejemplificados anteriormente, sino que el óxido puede ser un sub-óxido, tal como óxido de titanio (TiO) y también puede ser un óxido complejo, tal como alúmina-óxido de titanio (Al_2TiO_5) tomando en consideración la adherencia por fusión debido a una reacción entre un material base y un objeto a tratar.

30 Como se muestra en las Figuras 1 a 3, la superficie de los óxidos de adhesión anteriores se puede formar porosa, o se puede formar, en la parte de contacto con el objeto de procesado, con huecos en los que puede entrar gas.

35 Como se muestra en las Figuras. 4 y 5, es necesario que la superficie de los óxidos de adhesión anteriores tenga una cierta uniformidad.

Como se muestra en las Figuras 6, 7A y 7B, se puede obtener un excelente cuerpo producido por medio de MIM sinterizado por pulido de la superficie de la capa de revestimiento compuesta de un revestimiento de óxido.

40 A diferencia de la muestra 8 (que se describirá más adelante) de la presente invención que tiene la superficie pulida como se muestra en la Figura 7A, en el caso de la muestra 17 (que se describirá más adelante en detalle) según un ejemplo de referencia como se muestra en la Figura 7B, donde existe una gran rugosidad sobre la superficie de la capa de revestimiento, surge un caso donde la rugosidad superficial se transfiere a un cuerpo producido por medio de MIM sinterizado de modo que no se puede usar como producto.

45 Además, en la presente invención, el soporte de carga usado en la sinterización se puede usar en una región de alta temperatura donde una temperatura de calentamiento está dentro de un intervalo de 1.000 $^{\circ}\text{C}$ a 1.850 $^{\circ}\text{C}$. La superficie de los óxidos exhibe una superficie lisa y porosa de modo que la uniformidad minimiza una contracción por sinterización, y la superficie porosa mejora la eficiencia de la desgasificación en la eliminación del ligante. Como resultado, se pueden mejorar las características de sinterización. Como se describió anteriormente, la superficie de deposición de la capa de revestimiento de óxido compuesto de los óxidos cubre el metal compuesto de molibdeno, o la aleación de molibdeno, que es el material base.

50 En la presente invención, el revestimiento que no se expone al material base representa que la exposición del material base es igual a o menor del 1 % de una unidad de superficie de la capa de revestimiento de óxido. Esto es porque, cuando la exposición del material base es superior al 1 % de la unidad de superficie de la capa de revestimiento de óxido, la reacción entre el material base y un objeto de procesado es capaz de avanzar para de ese modo causar la adherencia por fusión entre los mismos o degradar extremadamente la propiedad de la placa de molibdeno, y por lo tanto, no se puede decir que el material base no esté sustancialmente expuesto.

Por lo tanto, de modo convencional, cuando se sinteriza el material de serie de hierro, los componentes, tales como el níquel, contenidos en el mismo reaccionan con el molibdeno que forma el soporte de carga usado en la sinterización haciendo que se deteriore significativamente el rendimiento de la placa de molibdeno. Por otro lado, en la presente invención, debido a que no hay exposición del material de la placa de molibdeno, la placa de molibdeno no está sometida a la degradación de su rendimiento, y por lo tanto, se puede usar.

Según el método titulado "Molybdenum Tray and Production Method Thereof" de la referencia 5 anterior, se forma una capa de revestimiento hecha de materiales cerámicos resistentes al calor sobre una bandeja de molibdeno. Sin embargo, esta literatura describe que la capa de revestimiento tiene como objetivo impedir la adherencia entre componentes mutuos, tales como las bandejas de molibdeno o las placas de soporte, y no necesita formarse sobre totalidad de la superficie de la placa base, y es suficiente formar la capa de revestimiento al menos en las partes que están en contacto con otras bandejas o componentes por su uso. Por lo tanto, la capa de revestimiento no tiene por objeto impedir la adherencia por fusión del objeto de procesado.

Por otro lado, en la presente invención, el impedimento de la adherencia es uno de los objetos y uno de los efectos. Además, en la presente invención, por el uso del polvo fino de los óxidos, la superficie de deposición del mismo cubre completamente al molibdeno, o a su aleación, que es el material base, de modo que se añade una función de impedir la reacción entre la placa base y el objeto de procesado.

En la referencia 5, se proporciona una capa de pulverización de plasma de una mezcla de polvo de molibdeno y de polvo de material cerámico sobre la placa de molibdeno, y es deseable que una parte de la capa más externa sea sustancialmente una capa de materiales cerámicos resistentes al calor, para ese modo tener como objetivo impedir la adherencia entre los objetos de procesado o entre las plantillas. En consecuencia, existe el inconveniente de que se incrementa el coste por proporcionar una pluralidad de tales capas o de una capa de revestimiento con un gradiente de concentración.

Por otro lado, en la presente invención, al establecer el tamaño de grano del polvo de óxido de al menos un tipo de los óxidos a usar en 10 μm o menos, se mejora la característica de sinterización de los óxidos de modo que, sin el apilamiento de una pluralidad de capas, es posible obtener una capa de revestimiento con una resistencia al desprendimiento equivalente a la de 15 a 20 kg/mm^2 de la capa de revestimiento mostrada en la referencia 5, y que no tiene exposición de molibdeno sobre la superficie para de este modo impedir la adherencia del objeto de procesado de la misma.

Además, en la referencia 5, se describe que la capa de revestimiento por pulverización de plasma se somete a un tratamiento térmico a 1.500 $^{\circ}\text{C}$ o más. Sin embargo, aquí surge un caso donde la capa de revestimiento de pulverización de plasma se somete a agrietamiento debido a una diferencia en la expansión térmica entre la placa base de molibdeno y la capa de revestimiento de modo que la placa base está expuesta al exterior. En consecuencia, existe el inconveniente de que el molibdeno expuesto debido al agrietamiento y el objeto de procesado reaccionan entre sí para causar la adherencia a la placa o degradar el rendimiento de la placa. En la referencia 5, la invención tiene por objeto sobre todo la sinterización de una pastilla de óxidos tales como dióxidos de uranio o dióxidos de plutonio como combustibles de un reactor nuclear, y la influencia para el molibdeno expuesto es pequeña. Sin embargo, no es posible hacer un uso repetitivo a largo plazo en la sinterización de productos metálicos, tales como los productos producidos por medio de MIM o en aire tal como en una atmósfera oxidante y metálica que ejerce una influencia en la placa de molibdeno.

Por otro lado, según la presente invención, es posible proporcionar un soporte de carga usado en la sinterización que pueda impedir la exposición de la placa base para de este modo permitir la sinterización de objetos de procesado hechos de materiales de una amplia gama, por ejemplo, incluso un objeto que contiene componentes tales como el níquel que es capaz de reaccionar con molibdeno, y además, que sea económico.

En el método convencional de formación de la capa protectora de la oxidación para un metal refractario, como el anteriormente descrito en la Referencia 6, se describe un método de formación de una capa barrera de reacción entre un metal refractario y un revestimiento protector de la oxidación hecho de siliciuro o de aluminuro por medio de pulverización de plasma. El revestimiento se alea con uno o más metales de molibdeno o similares en una proporción total de 2 a 35 en %. Sin embargo, en el método convencional, se proporciona un revestimiento sólo para una protección contra la oxidación de la sustancia matriz, es decir, para el material base y sólo para una protección de la reacción entre el metal y los revestimientos, pero no es para la protección contra la adherencia por fusión de un objeto de procesado a la sustancia.

Por otro lado, según la presente invención, la capa de superficie está hecha de una capa de óxido, que se selecciona de forma aproximada dependiendo del objeto de procesado y tiene una función de adherencia por fusión del objeto a la sustancia. Además, un área de exposición del material base se mantiene en un intervalo de 1 % o menos con respecto a una unidad de superficie de la capa de revestimiento de óxido de modo que la degradación del rendimiento no está causada por elementos gaseosos, tales como el Ni y similares.

Ahora, se describirá un ejemplo específico acerca de la producción del soporte de carga usado en la sinterización según la presente invención con referencia a las Figuras 8A y 8B. Las Figuras 8A y 8B son microfotografías

comparativas que muestran las superficies de alúmina después de un tratamiento térmico con los diferentes tamaños de grano del polvo.

En primer lugar, se describirán las muestras 1 a 12 de la presente invención.

5 La rugosidad superficial de una placa metálica refractaria con una característica resistente a la deformación a altas temperaturas, tal como una placa de molibdeno (espesor 1,5 mm x ancho 150 mm x longitud 300 mm), se incrementó por el procesado de rectificado o similar, para mejorar la activación de la superficie y la adherencia de un objeto depositado, y en la presente memoria, se estableció de tal manera que Ra era 4 μm y Rmax era 50 μm .

10 Los polvos de óxidos a depositar se midieron según las composiciones mostradas en las Tablas 1 y 2 de más abajo, y se mezclaron completamente para cada muestra por el uso de un mezclador agitador o de un mezclador Henschel. Queda claro que, como se muestra en las Figuras 8A y 8B, el polvo de óxido usado en la presente memoria difería en las condiciones de fusión dependiendo del tamaño de grano del mismo, incluso a la misma temperatura de tratamiento térmico. Si se trata de polvo fino, será posible hacer que éste funda a una temperatura más baja. En la presente memoria, al menos un tipo de los polvos de óxido a usar era polvo fino con un tamaño de grano de 10 μm o menos. La composición se puede seleccionar de manera deseable teniendo en cuenta una temperatura de uso y así sucesivamente.

Posteriormente, los polvos se dispersaron en etanol a efectos de transformarlos en suspensiones, que a continuación se aplicaron de manera uniforme a las placas de molibdeno objeto por pulverización o similar.

La deformación de las placas se ensayó según el método JIS H4483-1984 "3.3 Planeidad" (referencia 7).

20 En las capas de revestimiento de óxido de la presente invención, las composiciones y las condiciones de tratamiento térmico se pueden cambiar dependiendo de los diversos polvos de óxido. Tal capa de revestimiento de óxido se compone de una película de revestimiento de óxido.

25 Por ejemplo, usando una composición del 20 % en peso al 50 % en peso de óxido de circonio (43 % en peso de óxido de circonio en la muestra 2) con el resto compuesto sustancialmente de alúmina como capa de superficie, es posible obtener una placa de molibdeno de sinterización con una capa de revestimiento de óxido depositada a partir de la capa de la superficie a través de un tratamiento térmico a 1.500 °C o más.

Usando una composición del 1 % en peso al 40 % en peso de óxido de titanio (2,5 % en peso de óxido de titanio en la muestra 3) con el resto compuesto sustancialmente de alúmina como capa de superficie, es posible obtener una placa de molibdeno de sinterización con una capa de revestimiento de óxido depositada a partir de la capa de superficie a través de un tratamiento térmico a 1.500 °C o más.

30 Usando una composición del 20 % en peso al 30 % en peso de sílice (22 % en peso de sílice en la muestra 4) con el resto compuesto sustancialmente de alúmina como capa de superficie, es posible obtener una placa de molibdeno de sinterización con una capa de revestimiento de óxido depositada a partir de la capa de superficie a través un tratamiento térmico a 1.500 °C o más.

35 Usando una composición del 5 % en peso al 20 % en peso de óxido de itrio (6 % en peso de itrio en la muestra 5) con el resto compuesto sustancialmente de óxido de circonio como capa de superficie, es posible obtener una placa de molibdeno de sinterización con una capa de revestimiento de óxido depositada a partir de la capa de superficie a través un tratamiento térmico a 1.800 °C o más.

40 Usando una composición del 25 % en peso al 35 % en peso de óxido de magnesio (29 % en peso de óxido de magnesio en la muestra 6) con el resto compuesto sustancialmente de alúmina como capa de superficie, es posible obtener una placa de molibdeno de sinterización con una capa de revestimiento de óxido depositada a partir de la capa de superficie a través un tratamiento térmico a 1.800 °C o más.

45 Usando una composición del 4 % en peso al 30 % en peso de óxido de calcio (29 % en peso de óxido de calcio en la muestra 7) con el resto compuesto sustancialmente de alúmina como capa de superficie, es posible obtener una placa de molibdeno de sinterización con una capa de revestimiento de óxido depositada a partir de la capa de superficie a través un tratamiento térmico a 1.800 °C o más.

50 En la muestra 12, los óxidos en suspensión individuales se aplicaron de forma solapada en dos capas y se secaron a efectos de transformarlos en una capa de revestimiento de dos capas. En este caso, con el propósito de mejorar la adherencia, es preferible seleccionar, para la primera capa, un óxido con un coeficiente de expansión térmica próximo al de la placa como material base, y seleccionar, para la capa más exterior, un óxido teniendo en cuenta la adherencia por fusión debido a una reacción entre el material base y un objeto de procesado a sinterizar.

En la presente invención, en el caso de, por ejemplo, la placa de molibdeno, se usó para la primera capa Al_2O_3 - 2,5 % de TiO_2 (coeficiente de expansión térmica: aproximadamente $5,3 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$) con un coeficiente de expansión térmica aproximado al (aproximadamente $5,0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$) del molibdeno.

- Después de la aplicación, los óxidos se dotaron con la rugosidad superficial de la placa a efectos de ser colocados por la aplicación de un proceso de cocción durante dos horas o más a una temperatura dependiente del tamaño de grano del óxido a depositar, es decir, a 1.500 °C en la presente memoria. En consecuencia, se produjeron placas cada una de ellas con una uniformidad y porosidad dadas como una característica de la superficie de deposición como se muestra en las Tablas 1 y 2 de más abajo y en las Figuras 8A y 8B.
- 5 En las Tablas 2, 3, y 4 mostradas más abajo, un objeto de sinterización se corresponde a uno de procesado descrito en la especificación.
- Además, por el pulido de la superficie de la capa de revestimiento de óxido, se obtuvo una capa de revestimiento de óxido con un estado más uniforme y más poroso.
- 10 Posteriormente, se describirán las muestras 13 a 19 de los ejemplos de referencia.
- La muestra 13 se preparó por la aplicación una capa de revestimiento de Al_2O_3 - 43 % de ZrO_2 en un espesor de 8 μm sobre una placa de molibdeno como una en el ejemplo de la presente invención, y a continuación, por la aplicación de un proceso de cocción como en el ejemplo de la presente invención.
- 15 La muestra 14 se preparó por la aplicación una capa de revestimiento de Al_2O_3 - 43 % de ZrO_2 en un espesor de 350 μm sobre una placa de molibdeno como una en el ejemplo de la presente invención, y a continuación, por la aplicación de un proceso de cocción como en el ejemplo de la presente invención. Sin embargo, la capa de revestimiento se desprendía de la placa de molibdeno, y se generaban deformaciones de varios milímetros o más, de modo que no era usable como una placa de soporte.
- 20 La muestra 15 se preparó por la aplicación una capa de revestimiento de Al_2O_3 - 43 % de ZrO_2 en un espesor de 100 μm , usando Al_2O_3 de 30 μm , sobre una placa de molibdeno como una en el ejemplo de la presente invención, y a continuación, por la aplicación de un proceso de cocción como en el ejemplo de la presente invención.
- La muestra 16 se preparó por la aplicación una capa de revestimiento en un espesor de 100 μm , usando sólo Al_2O_3 de 30 μm , sobre una placa de molibdeno como una en el ejemplo de la presente invención, y a continuación, por la aplicación de un proceso de cocción como en el ejemplo de la presente invención.
- 25 La muestra 17 se preparó haciendo aún más rugosa la superficie de la placa de molibdeno para proporcionar la rugosidad de superficie de $R_a = 21 \mu\text{m}$ y $R_{\text{max}} = 160 \mu\text{m}$, y por la aplicación de una capa de revestimiento de Al_2O_3 - 43 % de ZrO_2 en un espesor de 100 μm sobre la superficie dotada de rugosidad adicional.
- La muestra 18 se preparó sin la aplicación de capa de revestimiento sobre una placa de molibdeno como una en el ejemplo de la presente invención.
- 30 La muestra 19 se preparó por la aplicación una capa de revestimiento de Al_2O_3 - 50 % de molibdeno en un espesor de 100 μm , usando Al_2O_3 de 30 μm y polvo de molibdeno de 3,5 μm , sobre una placa de molibdeno como una en el ejemplo de la presente invención, y a continuación, por la aplicación de un proceso de cocción como en el ejemplo de la presente invención.
- Posteriormente, se describirán las muestras comparativas 20 y 21.
- 35 Como muestra 20 según un ejemplo comparativo, se preparó una placa de Al_2O_3 con un espesor de 10 mm, como la que se usa en la actualidad.
- La muestra 21 según un ejemplo comparativo se preparó por pulverización de plasma de una capa de revestimiento en un espesor de 100 μm , usando sólo Al_2O_3 de 30 μm , sobre una placa de molibdeno con una estructura no controlada.
- 40 En un ejemplo mostrado en la Figura 9A según la presente invención, se colocaron cincuenta productos producidos por medio de MIM de serie de hierro 11, cada uno con un diámetro de 20 mm y una altura de 10 mm, sobre una placa de molibdeno con un espesor de 1,5 mm, una longitud de 150 mm, y una anchura de 30 mm, y a continuación, se dispuso un espaciador 15 con un diámetro de 10 mm y una altura de 15 mm alrededor de la placa de molibdeno, y a continuación, seis placas de molibdeno cada una teniendo sobre la misma los mismos cincuenta productos producidos por medio de MIM que se apilaron uno a uno de modo que las seis placas de molibdeno con los productos producidos por medio de MIM estaban apiladas en seis niveles en total. Las placas de molibdeno apiladas en seis niveles se insertaron en un horno de cinta de malla con una parte libre 17 con un ancho de 170 mm y una altura de 100 mm, y a continuación se sometieron a un proceso de sinterización en una atmósfera de hidrógeno a 1.350 °C durante dos horas, para de este modo obtener cuerpos producidos por medio de MIN sinterizados. En un ejemplo mostrado en la Figura 9B según el ejemplo comparativo, los productos producidos por medio de MIM 11 se colocaron sobre una placa de alúmina normal con un espesor de 10 mm, una longitud de 150 mm, y un ancho de 300 mm para formar en un estado de apilamiento de cuatro niveles en una manera similar a como se mencionó anteriormente.
- 50

En comparación con la muestra 20 según el ejemplo comparativo que usa la placa de alúmina normal, la cantidad de carga de los productos era 1,5 veces, y el consumo de energía para el horno se redujo a aproximadamente 70 %.

5 Los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados no estaban sometidos a la adherencia por fusión a las placas de molibdeno, y eran excelentes en condición de superficie. Además, las placas de molibdeno no estaban sometidas a la aparición de nueva deformación o desprendimiento de las capas de revestimiento, y eran por lo tanto usables de forma repetida.

10 Con respecto también a las muestras 13 y 15-19 según los ejemplos de referencia y a las muestras 20 y 21 según los ejemplos comparativos, el proceso de sinterización se llevó a cabo con los productos producidos por medio de MIM colocados en las placas de la misma manera. Con respecto a la muestra 20 según el ejemplo comparativo, sin embargo, debido a que la placa de Al_2O_3 era mayor en espesor, las placas se apilaron en cuatro niveles.

Los resultados fueron los siguientes.

15 Debido a que la capa de revestimiento era delgada en la muestra de referencia 13, había una parte donde el molibdeno estaba expuesto de modo que parte de los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados estaban sometidos a la adherencia por fusión a la placa de molibdeno y por lo tanto no eran usables como productos. Se observó esta muestra usando un microscopio a 150 aumentos para analizar una imagen de la misma y, como resultado, la parte expuesta de la placa de molibdeno era de aproximadamente el 2 % de una unidad de superficie.

20 Con respecto a las muestras de referencia 15 y 16, debido a que sólo se usó el polvo grueso para la capa de revestimiento, la capa de revestimiento era pobre en la adherencia a la placa de molibdeno y por lo tanto era capaz de desprenderse de la placa de molibdeno, de modo que la capa de revestimiento se adhería a las superficies de los cuerpos sinterizados, y por lo tanto eran inservibles como productos.

Con respecto a la muestra de referencia 17, la rugosidad superficial de la capa de revestimiento se transfirió a las superficies de los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados, y por lo tanto, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados no eran usables como productos.

25 Con respecto a la muestra de referencia 18, debido a que no había capa de revestimiento, el molibdeno y los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados estaban sometidos a la adherencia por fusión, y por lo tanto, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados no eran usables como productos.

Con respecto a la muestra de referencia 19, debido a que el molibdeno estaba expuesto en la capa de revestimiento y en la superficie de la misma, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados estaban sometidos a la adherencia por fusión y por lo tanto no eran usables como productos.

30 Con respecto a la muestra comparativa 20, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados obtenidos eran excelentes por sí mismos. Sin embargo, debido a que la cantidad de carga en el horno era pequeña y a que el consumo de energía eléctrica era grande, se aumentaba el costo.

35 Con respecto a la muestra comparativa 21, debido a que la estructura de molibdeno no estaba controlada y además sólo se usó polvo grueso, se provocaba una nueva deformación durante la sinterización de los productos producidos por medio de MIN, y la capa de revestimiento se desprendía de la placa y se adhería a los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados, de modo que no era posible su uso repetitivo.

40 Con respecto a las muestras de referencia y a las muestras comparativas, el uso repetitivo no era posible debido a la aparición de la adherencia por fusión de los objetos de procesado sobre la placa de molibdeno, a la aparición de nueva deformación de la placa de molibdeno, a la aparición de descamación de la capa de revestimiento, y así sucesivamente.

Por ejemplo, como se muestra en las Figuras 7A y 7B, se pulió la capa de revestimiento en la muestra 8 de la presente invención, mientras que, en el caso de la muestra 17 según el ejemplo de referencia, hay una gran rugosidad de modo que la rugosidad superficial se transfiere a los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados y por lo tanto no se pueden usar como productos.

45 Posteriormente, usando una mezcla de polvos de alúmina con un tamaño de grano de aproximadamente $1\ \mu m$ y de óxido de titanio de $30\ \mu m$ como en el ejemplo de la presente invención, se preparó una capa de revestimiento por pulverización de plasma de tales polvos y por la aplicación a la misma de un tratamiento térmico a $1.500\ ^\circ C$ durante dos horas, de modo que se obtuvo la capa de revestimiento sin exposición de una placa base. Entonces, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados se prepararon usando la placa con tal capa de revestimiento, y se obtuvieron los excelentes cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados como en el ejemplo de la presente invención. Esto también se aplicó a los otros óxidos anteriores.

Además, después de preparar una capa de revestimiento de $50\ \mu m$ como en el ejemplo de la presente invención, se formó una capa de revestimiento de $50\ \mu m$ por pulverización de plasma a la misma usando una mezcla de polvos de óxido de circonio con un tamaño de grano de aproximadamente $3\ \mu m$ y óxido de itrio de $30\ \mu m$ y, por la aplicación a

la misma de un tratamiento térmico a 1.500 °C durante dos horas, se preparó una capa de revestimiento con un espesor de 100 µm en total. Entonces, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados se prepararon usando la placa con tal capa de revestimiento, y se obtuvieron los excelentes cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados como en el ejemplo de la presente invención. Esto también se aplicó a las combinaciones de los otros óxidos anteriores. Además, incluso cuando se preparaba primero la capa de revestimiento por pulverización de plasma, que era lo opuesto a lo anterior, se obtenía el mismo resultado.

Además, usando una mezcla de polvos de alúmina con un tamaño de grano de aproximadamente 1 µm y de óxido de circonio de 30 µm como en el ejemplo de la presente invención, se añadió un adhesivo inorgánico resistente al calor a la mezcla de polvos, que después se aplicó a una placa de molibdeno y se sometió a un tratamiento térmico a 1.500 °C durante dos horas, de modo que se obtuvo una capa de revestimiento sin exposición de la placa base como en el caso anterior. Entonces, los cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados se prepararon usando la placa con tal capa de revestimiento, y se obtuvieron los excelentes cuerpos producidos por medio de MIM sinterizados como en el ejemplo de la presente invención. Esto también se aplicó a los otros óxidos anteriores.

Usando la placa de molibdeno depositada con alúmina de 1 µm y 43 % de óxido de circonio de 30 µm en la muestra 2 del ejemplo de la presente invención, se llevó a cabo una prueba de resistencia a la oxidación en aire. En la prueba de resistencia a la oxidación, la capa de revestimiento, cuando existía, cubría la totalidad de la superficie de la placa. La prueba de resistencia a la oxidación se llevó a cabo en aire a 600 °C durante cinco horas, que era la condición a la que se llevaba a cabo la eliminación del ligante, en donde una reducción en el peso de la placa de molibdeno luego se expresaba como una tasa de desgaste. Como resultado de ello, en el caso de una placa de molibdeno del 99,9 % sin capa de revestimiento, la sublimación del molibdeno avanzaba de modo que la tasa de desgaste alcanzaba del 20 al 25 %. En el caso de la placa de molibdeno preparada por el método convencional de pulverización de plasma, la tasa de desgaste alcanzaba del 5 a 10 %.

Por otro lado, en el caso de la placa de molibdeno depositada con alúmina de 1 µm y 43 % de óxido de circonio de 30 µm en la muestra 2 del ejemplo de la presente invención, la tasa de desgaste era de menos del 1 %.

Como es claro a partir de los ejemplos anteriores, es posible obtener la capa de revestimiento sin la exposición de la placa base, para obtener de ese modo el soporte de carga usado en la sinterización, que es excelente en la característica de resistente a la oxidación, por el establecimiento del tamaño de grano de al menos un tipo de polvo en 10 µm o menos.

Posteriormente, usando tungsteno, en lugar de molibdeno, como metal de soporte de carga usado en la sinterización, se llevó a cabo la revisión como en los ejemplos anteriores. Los resultados se muestran en las Tablas 3 y 4 de más abajo.

Como se ha descrito anteriormente, según la presente invención, es posible obtener el soporte de carga usado en la sinterización que puede lograr el objeto de la sinterización del objeto de procesado con el espesor de aproximadamente 1 a 2 mm cuando, por ejemplo, se depositan los óxidos a la placa de molibdeno, mientras que el espesor de aproximadamente 10 a 15 mm se requiere de forma convencional cuando el material resistente a altas temperaturas, tal como alúmina o sílice, se usa como el soporte de carga en la sinterización. Además, el soporte de carga usado en la sinterización según la presente invención puede ahorrar en gran medida la energía usada para el calentamiento y la refrigeración para proporcionar de esta manera un gran efecto económico.

Tabla 1

		Placa			Capa de revestimiento		
		Material	Ra / Rmax (µm)	Espesor (mm)	Composición	Espesor capa de revestimiento (µm)	Ra / Rmax (µm)
Presente invención	1	Placa con estructura controlada de Mo	4 / 50	1,5	(1 µm) Al ₂ O ₃	100	6 / 75
	2				(1 µm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 µm) ZrO ₂	100	4 / 50
	3				(1 µm) Al ₂ O ₃ – 2,5 % TiO ₂	100	4 / 50
	4				(1 µm) Al ₂ O ₃ – 22 % SiO ₂	100	5 / 60
	5				(3 µm) ZrO ₂ – 6 % Y ₂ O ₃	100	8 / 100
	6				(1 µm) Al ₂ O ₃ – 29 % MgO	100	7 / 85
	7				(3 µm) ZrO ₂ – 29 % CaO	100	5 / 60
	8				(1 µm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 µm) ZrO ₂ pulido	100	4 / 40
	9				(1 µm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 µm) ZrO ₂	10	4 / 50
	10					300	4 / 50
	11				Mezcla de polvos finos y gruesos Al ₂ O ₃ – 43 % (30 µm) ZrO ₂	100	20 / 150
	12				Capa inferior: (1 µm) Al ₂ O ₃ – 2,5 % TiO ₂ Capa superior: (3 µm) ZrO ₂ – 6 % Y ₂ O ₃	50 50	4 / 50
Ejemplo de referencia	13	Placa sin estructura controlada de Mo	4 / 50	1,5	(1 µm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 µm) ZrO ₂	8	4 / 50
	14				350	4 / 50	
	15				(30 µm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 µm) ZrO ₂	100	18 / 130
	16		(30 µm) Al ₂ O ₃		100	18 / 130	
	17		21 / 160		(1 µm) Al ₂ O ₃ – 43 % ZrO ₂	100	21 / 160
	18		4 / 50		-	-	-
	19		Polvo de Mo – 50 % (30 µm) Al ₂ O ₃		100	18 / 130	
Ejemplo comparativo	20	Al ₂ O ₃	2 / 15	10	-	-	-
	21	Placa con estructura controlada de Mo	4 / 50	1,5	(30 µm) Al ₂ O ₃	100	18 / 130

Tabla 2

		Cantidad de objetos a sinterizar cargados en el horno	Después de la sinterización del producto				Prueba de durabilidad Número de veces de excelente sinterización
			Sin fusión y adherencia	Solidez de la capa de revestimiento	Deformación	Solidez del producto	
Presente invención	1	O: 300	O	O	O	O	50
	2	O: 300	O	O	O	O	100
	3	O: 300	O	O	O	O	80
	4	O: 300	O	O	O	O	75
	5	O: 300	O	O	O	O	100
	6	O: 300	O	O	O	O	75
	7	O: 300	O	O	O	O	70
	8	O: 300	O	O	O	O	100
	9	O: 300	O	O	O	O	100
	10	O: 300	O	O	O	O	100
	11	O: 300	O	O	O	O	100
	12	O: 300	O	O	O	O	100
Ejemplo de referencia	13	O: 300	X	O	O	X	3
	14	O: 300	O	X (Desprendimiento)	X	-	0
	15	O: 300	O	X (Desprendimiento)	O	X (capa de revestimiento adherida)	0
	16	O: 300	O	X (Desprendimiento)	O	X (capa de revestimiento adherida)	0
	17	O: 300	O	O	O	X (Superficie rugosa)	0
	18	O: 300	X	-	O	X	0
	19	O: 300	X	X	O	X	0
Ejemplo comparativo	20	Δ: 200	O	O	O	O	100
	21	O: 300	O	X (Desprendimiento)	X	X (Capa de revestimiento adherida)	5

O: Bueno Δ: No bueno X: No bueno por completo -: Nada

Tabla 3

		Placa			Capa de revestimiento		
		Material	Ra / Rmax (μm)	Espesor (mm)	Composición	Espesor capa de revestimiento (μm)	Ra / Rmax (μm)
Ejemplos no de la invención	22	Placa de W	4 / 50	1,5	(1 μm) Al ₂ O ₃	100	7 / 85
	23				(1 μm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 μm) ZrO ₂	100	5 / 60
	24				(1 μm) Al ₂ O ₃ – 2,5 % TiO ₂	100	5 / 60
	25				(1 μm) Al ₂ O ₃ – 22 % SiO ₂	100	6 / 70
	26				(3 μm) ZrO ₂ – 6 % Y ₂ O ₃	100	9 / 110
	27				(1 μm) Al ₂ O ₃ – 29 % MgO	100	8 / 95
	28				(3 μm) ZrO ₂ – 29 % CaO	100	6 / 70
	29				(1 μm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 μm) ZrO ₂ pulido	100	4 / 40
	30				(1 μm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 μm) ZrO ₂	10	5 / 60
	31					300	5 / 60
	32				Mezcla de polvos finos y gruesos Al ₂ O ₃ – 43 % (30 μm) ZrO ₂	100	20 / 150
	33				Capa inferior: (1 μm) Al ₂ O ₃ – 2,5 % TiO ₂ Capa superior: (3 μm) ZrO ₂ – 6 % Y ₂ O ₃	50	4 / 50
50							
Ejemplo de referencia	34	Placa de W	4 / 50	1,5	(1 μm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 μm) ZrO ₂	8	4 / 50
	35					350	4 / 50
	36				(30 μm) Al ₂ O ₃ – 43 % (30 μm) ZrO ₂	100	20 / 150
	37		(30 μm) Al ₂ O ₃		100	20 / 150	
	38		21 / 160		(1 μm) Al ₂ O ₃ – 43 % ZrO ₂	100	21 / 160
	39		4 / 50		-	-	-
	40		Polvo de Mo – 50 % (30 μm) Al ₂ O ₃		100	18 / 130	

Tabla 4

	Cantidad de objetos a sinterizar cargados en el horno	Después de la sinterización del producto				Prueba de durabilidad Número de veces de excelente sinterización	
		Sin fusión y adherencia	Solidez de la capa de revestimiento	Deformación	Solidez del producto		
Ejemplos no de la invención	22	O: 300	O	O	O	O	55
	23	O: 300	O	O	O	O	100
	24	O: 300	O	O	O	O	85
	25	O: 300	O	O	O	O	80
	26	O: 300	O	O	O	O	100
	27	O: 300	O	O	O	O	80
	28	O: 300	O	O	O	O	75
	29	O: 300	O	O	O	O	100
	30	O: 300	O	O	O	O	100
	31	O: 300	O	O	O	O	100
	32	O: 300	O	O	O	O	100
	33	O: 300	O	O	O	O	100
Ejemplo de referencia	34	O: 300	X	O	O	X	3
	35	O: 300	O	X (Desprendimiento)	X	-	0
	36	O: 300	O	X (Desprendimiento)	O	X (capa de revestimiento adherida)	0
	37	O: 300	O	X (Desprendimiento)	O	X (capa de revestimiento adherida)	0
	38	O: 300	O	O	O	X (Superficie rugosa)	0
	39	O: 300	X	-	O	X	0
	40	O: 300	X	X	O	X	0

O: Bueno X: No bueno -: Nada

5 Además, según la presente invención, es posible obtener la placa metálica refractaria con la excelente propiedad de eliminación del ligante y las excelentes características de sinterización, por la provisión de la capa de revestimiento de óxido porosa y suave, y además, obtener el método de producirla y el soporte de carga que se usa en sinterización y que usa la placa metálica refractaria.

10 Además, según la presente invención, es posible obtener la placa metálica refractaria que puede impedir que la alúmina o similar se adhiera al producto, debido a los óxidos que se depositan, de modo que no se requiera un tratamiento posterior y se mejora la calidad del producto sinterizado para lograr de ese modo un efecto económico, y además, obtener el método de producirla y el soporte de carga que se usa en sinterización y que usa la placa metálica refractaria.

De forma convencional, en el caso de que el material de serie de hierro, los componentes, tales como el níquel, contenidos en el mismo reaccionan con molibdeno para deteriorar significativamente el rendimiento de la placa de

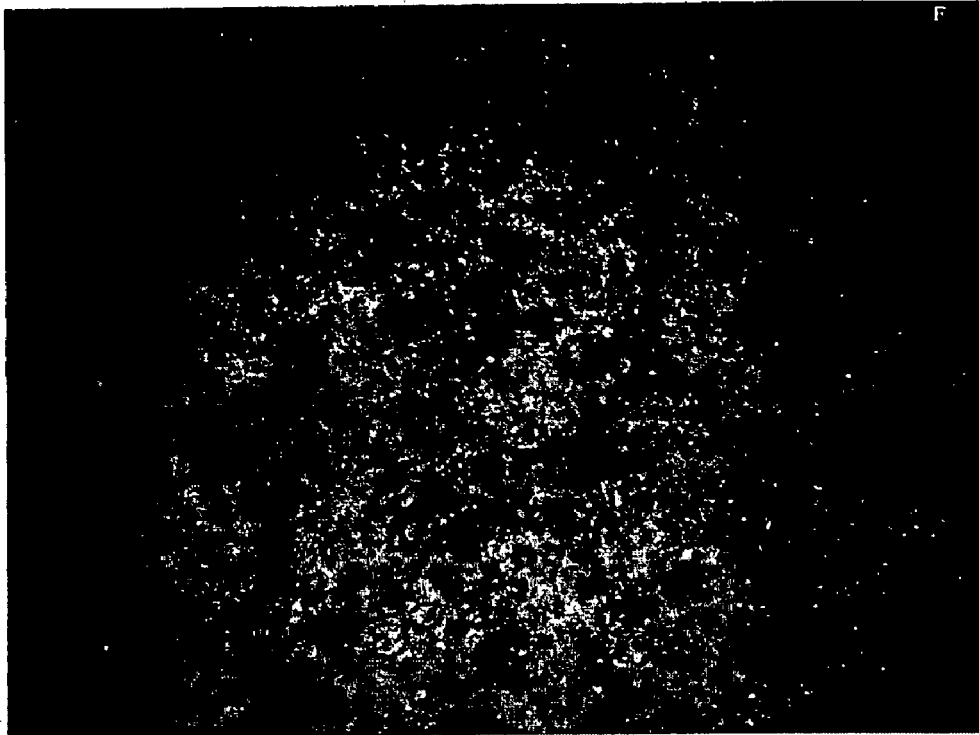
molibdeno. Por otro lado, según la presente invención, es posible obtener la placa metálica refractaria que tiene la superficie de deposición sin exposición de molibdeno o de su aleación como material base, y por lo tanto, se puede usar sin degradar el rendimiento de la placa de molibdeno, y además, obtener el método de producirla y el soporte de carga que se usa en sinterización y que usa la placa metálica refractaria.

- 5 De forma convencional, la placa de molibdeno se oxida de manera significativa a 500 °C o más en aire, y por lo tanto, no se puede usar. Por otro lado, según la presente invención, es posible obtener la placa metálica refractaria que se puede usar incluso en aire mediante depósito de la capa de revestimiento de óxido sobre la totalidad de la superficie, y además, obtener el método de producirla y el soporte de carga que se usa en sinterización y que usa la placa metálica refractaria. En este caso, la capa de revestimiento es preferiblemente gruesa, es decir, en un intervalo
- 10 de 50 μm a 300 μm .

Aunque la presente invención hasta el momento se ha descrito junto con las realizaciones preferidas de la misma, se entenderá fácilmente por los expertos en la técnica que la presente invención puede ponerse en práctica de otras maneras diversas sin apartarse del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

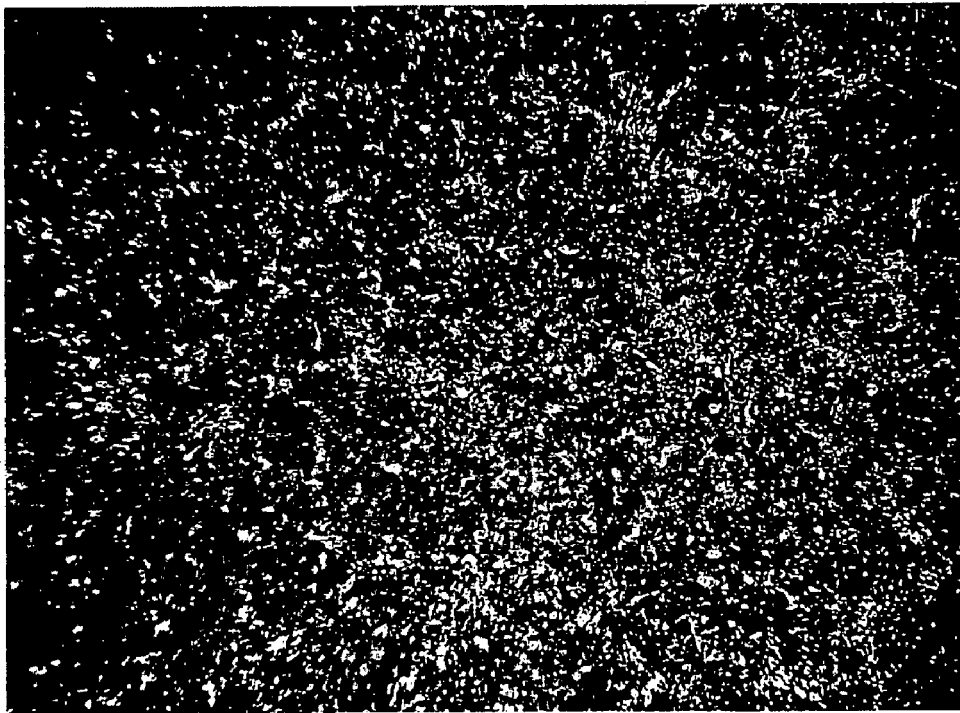
REIVINDICACIONES

- 5 1. Una placa metálica refractaria que comprende una capa de revestimiento de óxido formada mediante depósito de polvo de óxido de al menos uno de alúmina, sílice, óxido de circonio, óxido de itrio, óxido de titanio, óxido de magnesio, y óxido de calcio o una mezcla de los mismos sobre al menos una superficie de un metal compuesto de uno de molibdeno y una aleación de molibdeno.
- caracterizada porque dicha capa de revestimiento de óxido que tiene una superficie porosa cubre la totalidad de dicha al menos una superficie a efectos de inhibir la exposición de un material base, siendo la exposición de un material base igual a o menor del 1 % de una unidad de superficie de la capa de revestimiento de óxido.
- 10 2. La placa metálica refractaria según la reivindicación 1, en donde al menos un tipo de dichos polvos de óxido se establece en 10 μm o menos, y dicha capa de revestimiento de óxido se obtiene por la aplicación de un tratamiento térmico a una temperatura dependiente del tamaño de grano de dicho polvo.
3. La placa metálica refractaria según la reivindicación 1, en donde un espesor de dicha capa de revestimiento de óxido se establece en 10 a 300 μm .
- 15 4. La placa metálica refractaria según la reivindicación 1, en donde una superficie de dicha capa de revestimiento de óxido es porosa, y una rugosidad superficial de la misma es tal que Ra es 20 μm o menos y Rmax es 150 μm o menos.
5. La placa metálica refractaria según la reivindicación 1, en donde dicho metal tiene una forma de una placa y, en un estado de superficie de la placa como placa base, una rugosidad superficial de la misma es tal que Ra es 20 μm o menos y Rmax es 150 μm o menos.
- 20 6. Una placa metálica refractaria según la reivindicación 1, en donde dicho material base es una placa de molibdeno con una composición del 99,9 % o más de pureza y con una característica resistente a la deformación a altas temperaturas, y en donde un tamaño de un grano de cristal en forma de disco contenido en el interior de dicha placa de molibdeno es tal que una relación de un diámetro relativo mayor a un diámetro menor de una superficie del disco es de cuatro o menos, un diámetro de una superficie del disco de dicha placa de molibdeno es de 15 mm a 150 mm, y los granos de cristal representan 1/5 o más del espesor en una dirección del espesor de dicha placa de molibdeno.
- 25 7. Una placa metálica refractaria según la reivindicación 1, en donde dicho material base tiene una composición del 0,1 % al 1,0 % de lantano u óxidos de lantano con el resto compuesto de molibdeno, tiene una estructura que se extiende en una dirección sustancialmente fija, y es pequeño en la cantidad de deformación a una temperatura elevada.
- 30 8. Un soporte de carga, que comprende la placa metálica refractaria según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 6 y 7.
9. Un método de producción de la placa metálica refractaria según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 6, y 7, comprendiendo dicho método la etapa de formar una capa de revestimiento de óxido por la aplicación de una de las sub-etapas de
- 35 a. formar una suspensión por la mezcla del óxido con un disolvente, pintar la suspensión con una brocha o pulverizar la suspensión sobre un material base, secar la suspensión sobre el material base, y a continuación, fundir la suspensión para adherirla al material base a una temperatura dependiente de un tamaño de grano de los óxidos a depositar,
- 40 b. formar dicha capa de revestimiento de óxido por pulverización de plasma, y
- c. formar una capa de revestimiento de óxido por el uso de un adhesivo resistente a altas temperaturas, y a continuación, aplicar un tratamiento térmico a efectos de depositarlo.
10. El método de producción de la placa metálica refractaria según la reivindicación 9, en donde dicha capa de revestimiento de óxido se forma por pulverización de plasma.
- 45 11. El método según la reivindicación 9, en donde en dicha sub-etapa (a) el polvo de óxido tiene un tamaño de grano de al menos un tipo de los polvos de óxido que se establece en 10 μm o menos.
12. Un método de producción de un soporte de carga que se usa en sinterización y que está formado por la placa metálica refractaria obtenida por el uso del método según la reivindicación 9.



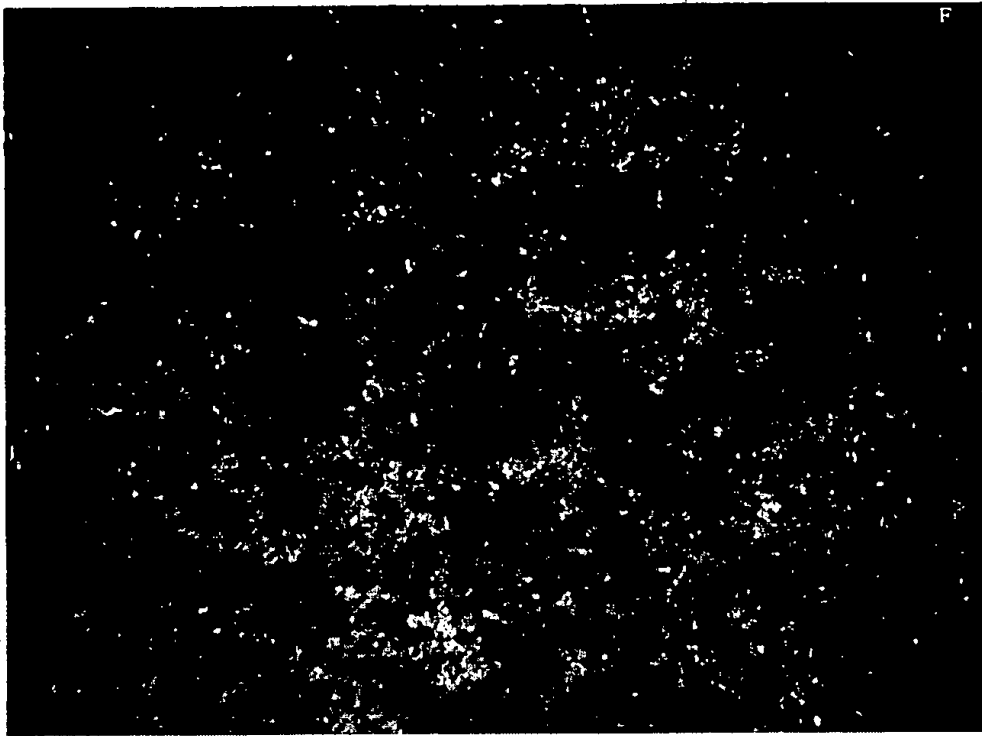
(x 150)

Figura 1. Superficie de depósito por polvo grueso de óxido
(Al_2O_3 – 43 % en peso de ZrO_2)



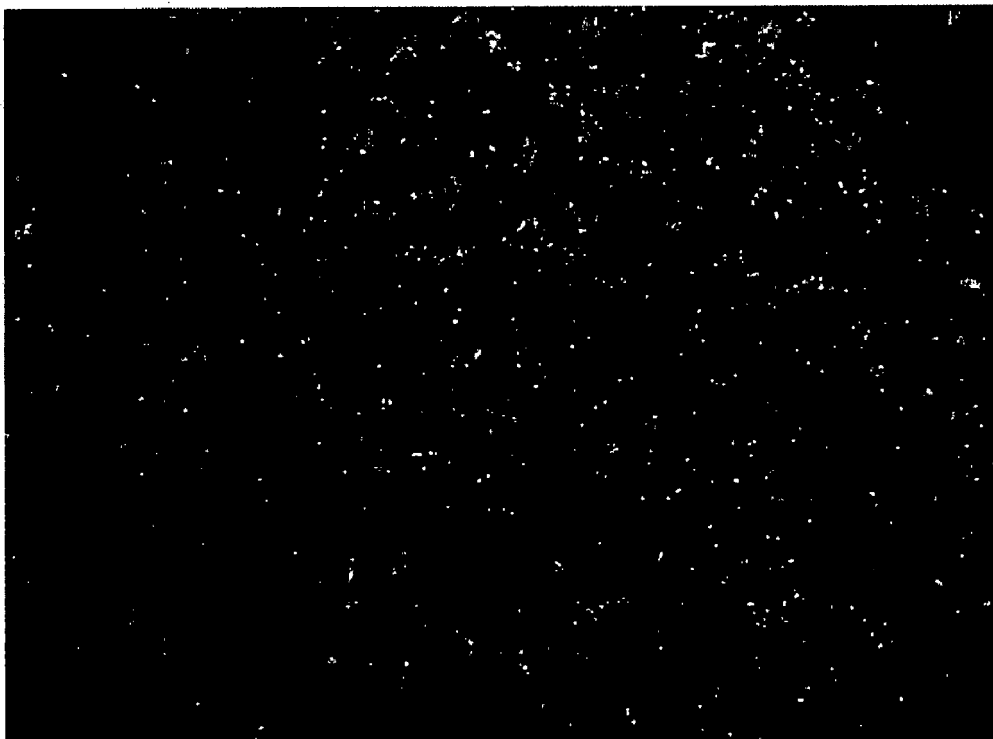
(x 150)

Figura 2. Superficie de depósito por polvo fino de óxido
(Al_2O_3 – 43 % en peso de ZrO_2)



(x 150)

Figura 3. Superficie de depósito por polvos finos y gruesos de óxido
(Al_2O_3 – 43 % en peso de ZrO_2)



(x 150)

Figura 6

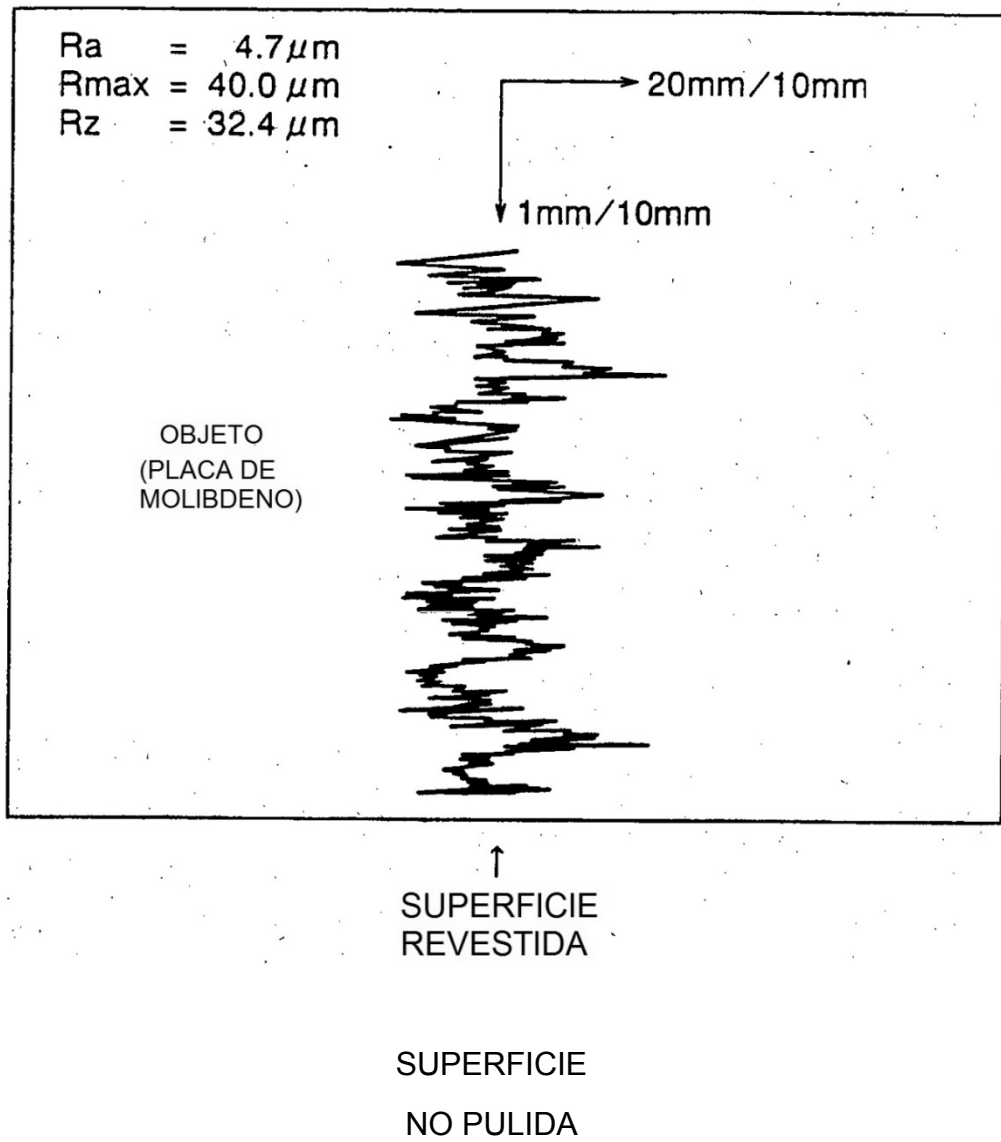
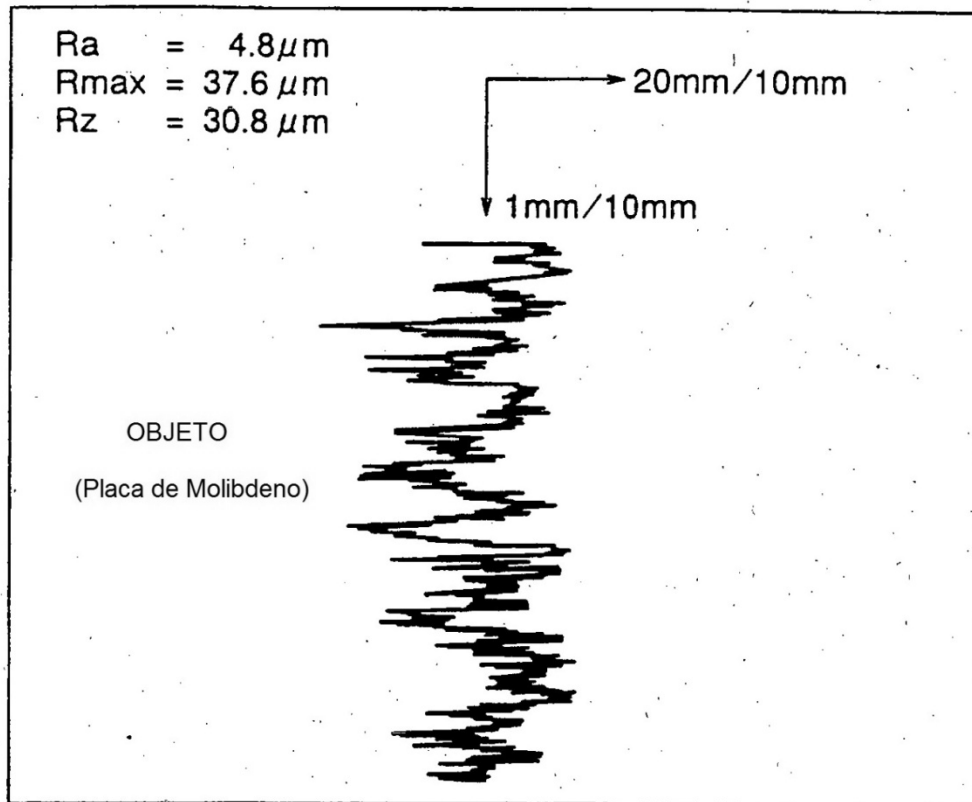


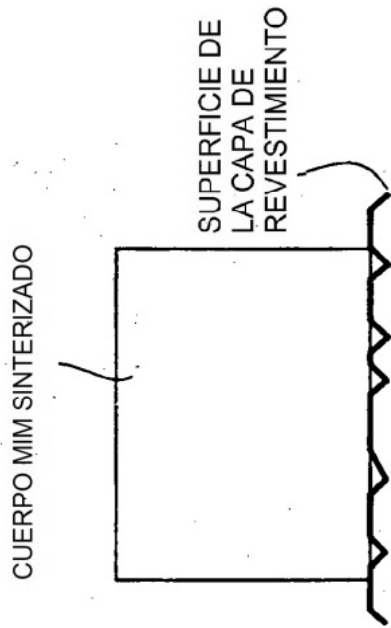
FIGURA 4



↑
SUPERFICIE
REVESTIDA

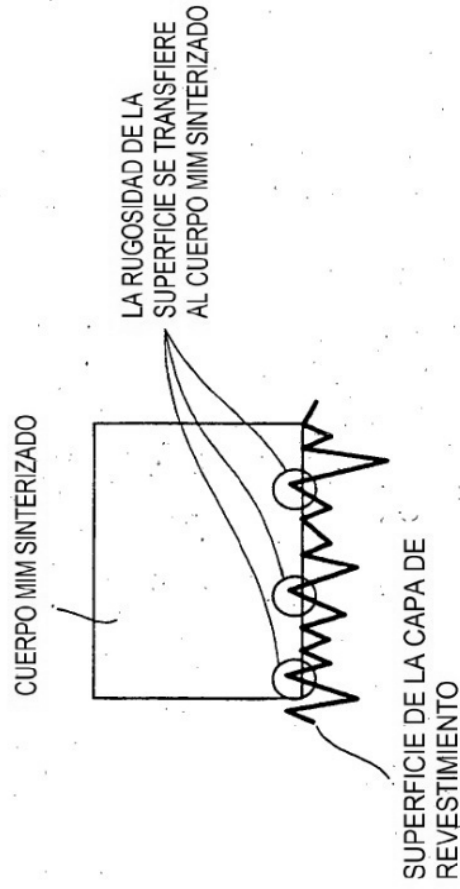
SUPERFICIE
PULIDA

FIGURA 5



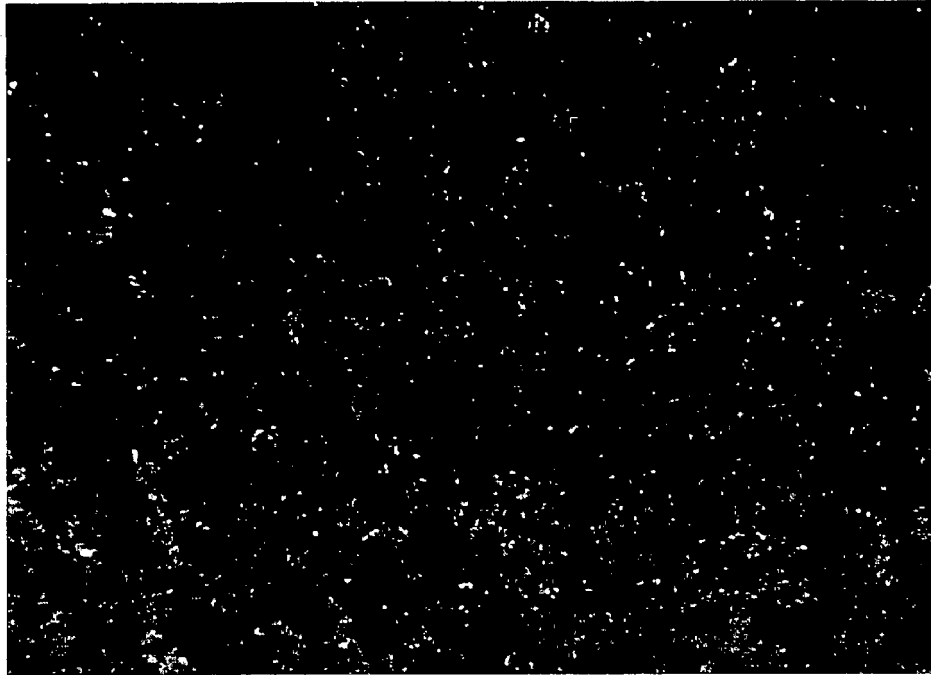
Muestra 8 de la presente invención

Figura 7A



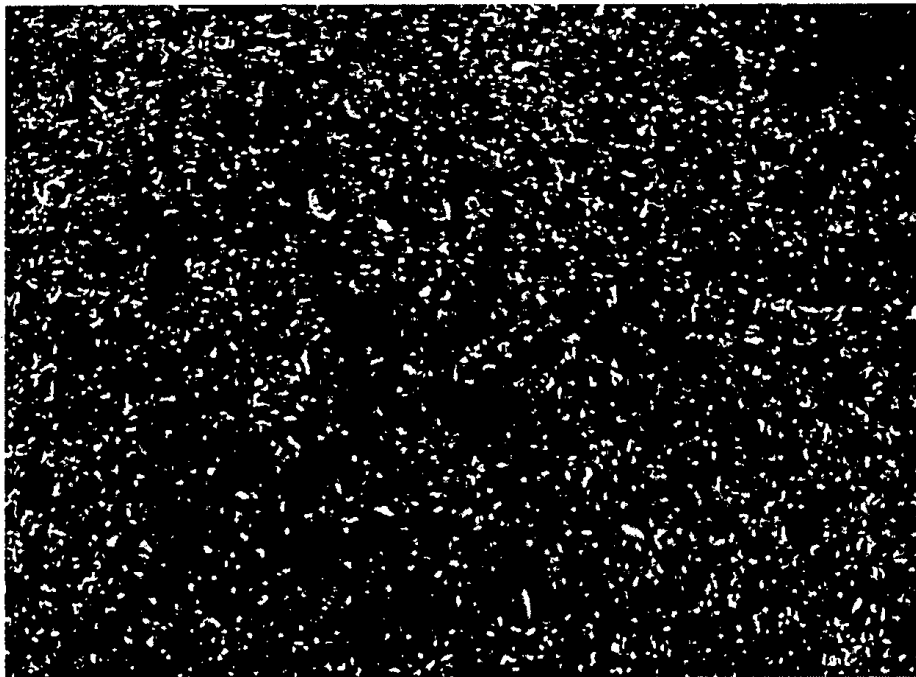
Muestra 17 según el ejemplo de referencia

Figura 7B



Superficie de Al₂O₃ después de tratamiento térmico a 1.800 °C cuando el tamaño de grano es 75 μm

Figura 8A



Superficie de Al₂O₃ después de tratamiento térmico a 1.800 °C cuando el tamaño de grano es a μm

Figura 8B

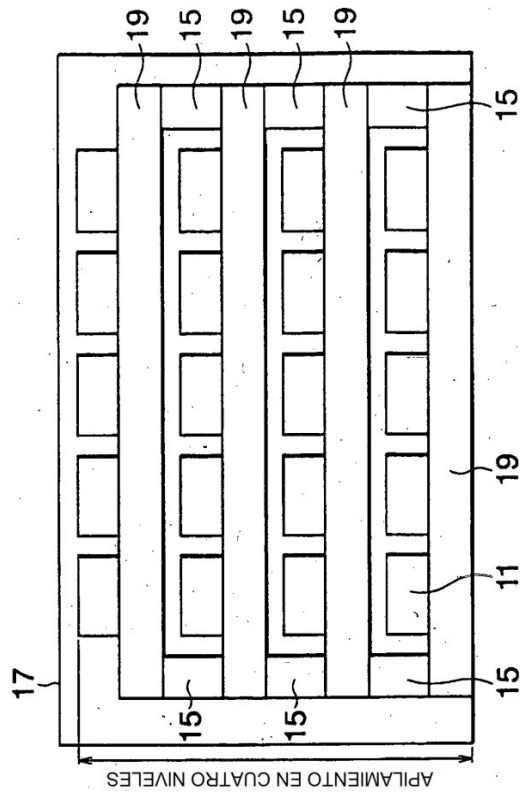


Figura 9B

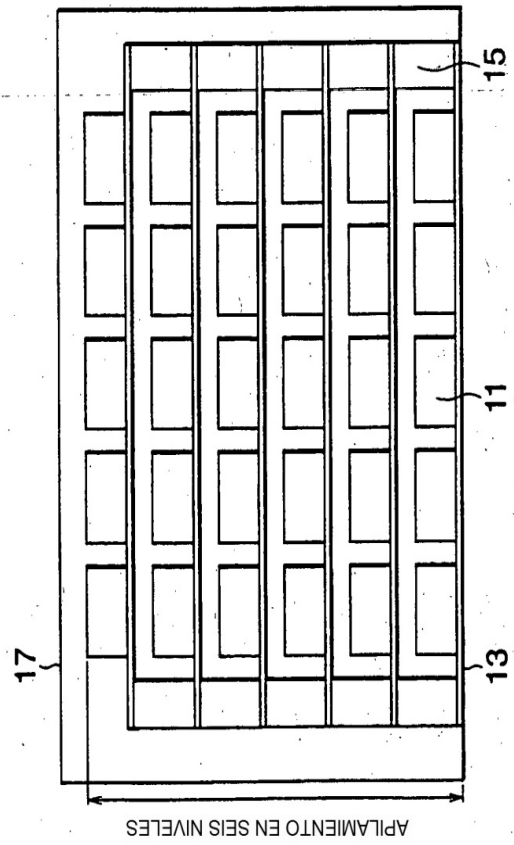


Figura 9A