



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



(1) Número de publicación: 2 498 766

61 Int. Cl.:

C08J 9/232 (2006.01) B22F 3/11 (2006.01) C08J 9/00 (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- (96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 01.06.2010 E 10724437 (8)
  (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 02.07.2014 EP 2437905
- (54) Título: Procedimiento para la producción de cuerpos de conformado sinterizados de metal porosos
- (30) Prioridad:

# 02.06.2009 EP 09161664

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **25.09.2014** 

73) Titular/es:

BASF SE (100.0%) 67056 Ludwigshafen, DE

(72) Inventor/es:

KETAN, JOSHI; BELLIN, INGO; SANDLER, JAN KURT WALTER; WAGNER, NORBERT; HAHN, KLAUS; KIEBURG, CHRISTOFFER; COURTOIS, JULIEN y TRAUT, ALEXANDER

(74) Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario** 

S 2 498 766 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**

Procedimiento para la producción de cuerpos de conformado sinterizados de metal porosos

15

45

50

55

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de cuerpos de conformado sinterizados de metal porosos.

Las espumas metálicas presentan algunas propiedades interesantes: su densidad está intensamente reducida frente al metal macizo. A pesar de esto, presentan una elevada rigidez específica y tenacidad. La estructura celular transforma, en caso de un impacto, mucha energía cinética en energía de deformación y calor, de tal manera que las espumas de metal son bastante adecuadas para la inclusión en elementos de impacto. Frente a las espumas poliméricas, las espumas de metal poseen una tenacidad y resistencia a temperatura claramente mayores. Otras aplicaciones potenciales se refieren a pantallas térmicas, filtros, soportes de catalizador, revestimientos insonorizantes o a la producción de cilindros esponjados muy ligeros para la industria de impresión o papelera.

Las espumas de metal se pueden producir de distintas formas. En la "vía de polvo" se mezclan un polvo de metal y un propulsor en forma de polvo, por ejemplo, polvo de hidruro de titanio (TiH<sub>3</sub>), se procesan mediante prensado axial o extrusión hasta dar un producto semiacabado esponjable y se calientan hasta la temperatura de fusión del metal. El propulsor libera gases y esponja el material líquido fundido. Dependiendo del tiempo de mantenimiento de la temperatura cambia la estructura de la espuma, tal como la densidad relativa, el tamaño de poro y similares. En la "vía de fusión "se insufla gas en una masa fundida de metal y se solidifica el metal esponjado. Para estabilizar las burbujas en la masa fundida, la masa fundida puede contener, por ejemplo, partículas de SiC.

Los cuerpos de conformado metálicos se pueden producir mediante moldeo por inyección de masas termoplásticas que presentan, además de polvos de metal, un polímero como aglutinante orgánico. Se trata de masas de conformado poliméricas orgánicas de alta carga. Después del moldeo por inyección, extrusión o prensado de la masa termoplástica hasta dar un cuerpo en verde se elimina el aglutinante orgánico y el cuerpo en verde desaglutinado obtenido se sinteriza. Mediante un uso conjunto de propulsores se pueden obtener también cuerpos de conformado metálicos porosos.

De este modo, el documento WO 2004/067476 desvela un procedimiento para la producción de un cuerpo de conformado sinterizado celular en el que se mezcla polvo de metal con componentes de aglutinante y se incluyen como propulsor partículas de poliestireno (EPS) con capacidad de hinchamiento. Esta masa de conformado fluida de forma termoplástica se introduce en un molde de carcasa para la expansión de la masa de conformado, se traspasa a un estado líquido fundido y se esponja. La masa de conformado esponjada se solidifica, los componentes orgánicos se retiran y se sinteriza el cuerpo de conformado tratado de este modo. La etapa del esponjado se ha de realizar con formación de partículas de espuma de poliestireno individuales expandidas, que ocupan en la masa de conformado una forma espacial respectivamente cerrada, con una estrecha distribución de diámetro. En este procedimiento, los aglutinantes y el material esponjable obligatoriamente son distintos unos de otros. La preparación de la masa de conformado es compleja y requiere numerosas etapas sucesivas.

De acuerdo con el documento WO 2004/067476 se obtienen cuerpos de conformado dimensionados de forma sencilla mediante prensado de una masa de conformado que contiene EPS en forma de polvo hasta dar piezas prensadas y esponjado posterior con vapor en un molde perforado. Las piezas de conformado geométricamente complejas se han de poder obtener mediante conformado y esponjado de la masa de conformado mediante procedimientos conocidos de moldeo por inyección. El procedimiento tiene la desventaja de que los poros predefinidos por las partículas de EPS son muy grandes, por lo que permanecen en el cuerpo de conformado solo pocos travesaños estabilizantes que, además, están distribuidos de forma heterogénea. Finalmente se obtienen materiales cuyas propiedades mecánicas son insuficientes para muchas aplicaciones.

El documento DE 103 28 047 B3 describe un procedimiento para la producción de una pieza constructiva de espuma de metal, en el que se disponen de forma tridimensional varios elementos constituyentes de espuma de metal que se pueden obtener mediante aporte de energía a través de un esponjado al menos parcial de partículas de granulado que contienen un polvo de metal y un polvo de propulsor, por ejemplo, un hidruro de metal. Los elementos constituyentes de espuma de metal dispuestos de este modo se someten a un tratamiento posterior, de tal manera que los elementos constituyentes de espuma de metal respectivamente adyacentes están unidos entre sí con arrastre de forma, con unión material y/o de forma adhesiva. En este procedimiento es desventajoso que durante la producción de los elementos constituyentes de espuma de metal se puede producir una descomposición parcial de la espuma de metal formada y, por tanto, una configuración incontrolable de zonas densas en el interior de un elemento constituyente creado de este modo y una reducida fidelidad de reproducción. Sin adhesión, los elementos constituyentes de espuma de metal individuales no se adhieren unos a otros.

El documento EP0799810 A2 describe un procedimiento para la producción de espumas sinterizadas de celda abierta, transformándose un material de costra de polvo inorgánico sinterizable, un material evaporable fluido que fluidifica este material de costra y, eventualmente, un material que forma un gas propulsor en un paso de esponjado con liberación del gas propulsor en un producto esponjado.

La invención se basa en el objetivo de mostrar un procedimiento para la producción de cuerpos de conformado sinterizados de metal porosos que esté exento de las desventajas anteriores.

El objetivo se consigue mediante un procedimiento para la producción de cuerpos de conformado sinterizados de metal porosos, en el que se esponjan partículas de polímero expansibles, en las que está disperso un polvo de metal sinterizable, hasta dar un cuerpo de conformado y se somete el cuerpo de conformado en verde a un tratamiento térmico en el que se expulsa el polímero y se sinteriza el polvo de metal sinterizable hasta dar un cuerpo de conformado sinterizado de metal poroso.

5

10

15

25

30

35

40

45

50

55

En una forma de realización apropiada se introducen las partículas de polímero expansibles en un molde que se cierra preferentemente por todos los lados después del llenado y se esponjan las partículas de polímero expansibles, por ejemplo, mediante tratamiento con vapor de agua y/o o aire caliente. La geometría (forma espacial) del molde se corresponde habitualmente con la geometría deseada de la pieza de conformado posterior.

En la mayoría de los casos se prefiere pre-esponjar las partículas de polímero expansibles antes de la introducción en el molde. Durante el pre-esponjado se calientan las partículas de polímero expansibles con movimiento mecánico, por ejemplo, mediante arremolinado con un gas caliente, en particular aire y/o vapor de agua. El experto conoce los denominados pre-esponjadores adecuados para esto por la producción de materiales aislantes de EPS. En general son adecuadas temperaturas de, por ejemplo, 60 a 120 °C. A este respecto se hinchan las partículas como consecuencia del propulsor que se evapora y, en parte, también como consecuencia del vapor de agua que ha penetrado, formándose en el interior de la perla una estructura de celda cerrada. Durante el pre-esponjado, las partículas de polímero no se sueldan entre sí y se conservan como partículas discretas.

Gracias al grado de esponjado, que depende principalmente de la duración del efecto térmico, se puede influir en la densidad de los posteriores cuerpos de conformado. La duración del efecto térmico durante el pre-esponjado normalmente es de 5 a 100 segundos.

Sin la etapa del pre-esponjado, durante el esponjado de las partículas de polímero expansibles en el molde se puede producir una expansión y llenado de molde irregulares, expandiéndose las partículas de polímero expansibles en proximidad de las paredes calentadas del molde más intensamente que las partículas en el interior del molde.

Por norma general se rellena el molde solo parcialmente con las partículas de polímero expansibles (eventualmente pre-esponjadas). Durante el esponjado se expanden las partículas de polímero y esponjan con arrastre de forma el molde llenado inicialmente de manera incompleta. A este respecto se sueldan entre sí las partículas de polímero.

Sin embargo, en particular en el caso de geometrías más complicadas, también puede ser ventajoso mantener reducido el volumen vacío en el molde y eventualmente compactar la carga de las partículas de polímero expansibles (eventualmente pre-esponjadas) cargadas en el molde y eliminar, de este modo, espacios huecos indeseados. La compactación se puede realizar, por ejemplo, mediante agitación del molde, movimientos oscilatorios u otras medidas adecuadas.

El esponjado se realiza habitualmente mediante calentamiento a, por ejemplo, de 60 a 120 °C, preferentemente de 70 a 110 °C, al calentarse por ejemplo el molde lleno con vapor de agua, aire caliente, agua en ebullición u otro transmisor de calor. Gracias al esponjado se consigue un aumento de volumen de la parte de polímero de las partículas, rellenándose los intersticios en la carga por las partículas de polímero expandidas y produciéndose como consecuencia de interacciones de fuerzas de las partículas que se amplían en sus volúmenes un diseño de conformado de las partículas individuales. Las partículas de polímero se funden en las superficies de contacto mutuas, de tal manera que las partículas de polímero se sueldan hasta dar un cuerpo de conformado (cuerpo en verde). A este respecto, el molde de conformado predefine la forma y el volumen del cuerpo en verde. El cuerpo de conformado que presenta una resistencia en verde suficiente se puede retirar del molde.

La presión durante el esponjado habitualmente no es crítica y, por norma general, es de 5 a 500 kPa (de 0,05 a 2 bar). La duración del esponjado depende, entre otras cosas, del tamaño y de la geometría así como de la densidad deseada de la pieza de conformado y puede variar dentro de amplios límites.

El procedimiento de acuerdo con la invención parte de partículas de polímero expansibles en las que está disperso un polvo de metal sinterizable. Las partículas de polímero expansibles preferentemente fluyen libremente o fluyen con facilidad. La parte en peso del polvo de metal sinterizable dispersado, con respecto al peso total de polímero y polvo de metal sinterizable, preferentemente es del 60 al 95 % en peso, en particular del 65 al 90 % en peso. En las partículas de polímero, el polímero forma una fase (relacionada) continua en la que está disperso el polvo de metal sinterizable.

Las partículas de polímero expansibles contienen, preferentemente, un propulsor físico, tal como hidrocarburos alifáticos con 2 a 7 átomos de carbono, alcoholes, cetonas, éteres, hidrocarburos halogenados, dióxido de carbono o agua o mezclas de los mismos. Se prefieren *iso*-butano, *n*-butano, *iso*-pentano o *n*-pentano o mezclas de los mismos. Las partículas de polímero expansibles por norma general contienen del 2 al 20 % en peso, preferentemente del 3 al 15 % en peso de propulsor en relación con la parte de polímero de las partículas de polímero expansibles. El propulsor se encuentra disuelto de forma molecular en las partículas de polímero

expansibles en el polímero y/o como gotas pequeñas incluidas.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Preferentemente, las partículas de polímero expansibles son esféricas, considerándose sin embargo también otras formas, tales como, por ejemplo, granulados con forma de barra o lenticulares. Las partículas de polímero expansibles generalmente presentan un diámetro (o una longitud en dirección de la mayor extensión en el espacio en el caso de partículas no esféricas) de 0,5 a 30 mm, en particular de 0,7 a 10 mm.

Las partículas de polímero expansibles se pueden obtener de distintas maneras.

Las partículas de polímero expansibles se pueden obtener, por ejemplo, al prepararse un granulado de polímero termoplástico expansible mediante introducción por mezcla de un propulsor y un polvo de metal sinterizable en una masa fundida de polímero y granulación de la masa fundida. Preferentemente se preparan las partículas de polímero expansibles mediante un procedimiento de extrusión. En este caso se introduce mediante mezcla el propulsor a través de una extrusora en una masa fundida de polímero, se introduce mediante mezcla el polvo de metal sinterizable y se transporta la masa fundida de polímero a través de una placa de toberas y se granula hasta dar partículas. La mayoría de las veces, la masa fundida se enfría después de la introducción mediante mezcla del propulsor. Cada uno de estos pasos se puede efectuar a través de los aparatos o combinaciones de aparatos conocidos en el procesamiento de plásticos. La masa fundida de polímero se puede extraer directamente de un reactor de polimerización o se puede generar en la extrusora de mezcla o una extrusora independiente de fusión mediante fusión de granulados de polímero. Para la introducción mediante mezcla son adecuadas mezcladoras estáticas o dinámicas. El enfriamiento de la masa fundida se puede realizar en los conjuntos de mezcla o en refrigeradores independientes. Para la granulación se consideran, por ejemplo, la granulación subacuática sometida a presión, granulación con cuchillas giratorias y refrigeración mediante nebulización por pulverización de líquidos de atemperado o granulación con aerosol.

La introducción mediante mezcla del polvo de metal sinterizable se realiza de forma adecuada a través de una extrusora lateral. Se puede conducir, por ejemplo, del tramo de masa fundida obtenido en primer lugar, antes del paso a través de la placa de toberas, una subcorriente a través de una válvula para masa fundida a un tramo lateral. Allí se añade mediante dosificación el polvo de metal y se introduce mediante mezcla homogéneamente en la corriente de masa fundida. Finalmente se mezclan la corriente principal y la corriente lateral que contiene aditivo y se descargan a través de la placa de toberas. Para poder introducir mediante dosificación el polvo de metal con una precisión suficiente en la corriente de masa fundida, el mismo se puede preparar en pasta previamente. Esto significa que se incluye en un líquido compatible con la masa fundida y el polvo de metal, de tal manera que se produce una pasta con viscosidad preferentemente elevada.

En el documento DE 10 358 786 A1 está descrito un procedimiento adecuado al que se hace referencia en su totalidad.

Cuando durante la preparación de las partículas de polímero expansibles se alcanzan temperaturas que se encuentran por encima del punto de inflamación del polvo de metal, sobre los conjuntos preferentemente se hace fluir un gas protector adecuado, tal como nitrógeno o argón.

Como alternativa, en primer lugar se puede preparar un granulado mediante introducción mediante mezcla de un polvo de metal sinterizable en una masa fundida de polímero y granulación de la masa fundida. Entonces, este granulado se puede conformar en suspensión acuosa en reactores a presión calentados y agitados a temperaturas en proximidad del punto de reblandecimiento hasta dar perlas y al mismo tiempo se puede impregnar con propulsor. Mediante esta formación en perlas se obtienen partículas en forma de perla con tamaño de partícula definido. La formación en perlas se realiza, generalmente, a de 120 a 160 °C, por ejemplo, aproximadamente 140 °C a lo largo de un intervalo de tiempo de 1 a 24 horas, por ejemplo, de 12 a 16 horas. Están descritos procedimientos adecuados, por ejemplo, en los documentos DE-A 25 34 833, DE-A 26 21 448, EP-A 53 333 v EP-B 95 109, a los que se hace referencia en su totalidad. Como alternativa se puede impregnar el granulado a una temperatura por debajo de la temperatura de reblandecimiento del polímero a presión con propulsor. Para esto es adecuada una presión de 2,5 a 7 MPa (de 25 a 70 bar) (absoluta), por ejemplo, aproximadamente 5 MPa (50 bar). La temperatura puede ser, por ejemplo, de 25 a 60 °C, por ejemplo, aproximadamente 40 °C. En general es adecuado un intervalo de tiempo de 0,5 a 20 horas, por ejemplo aproximadamente 8 horas. Para esto se carga un aparato resistente a presión, por ejemplo, un autoclave, con el granulado, se añade el propulsor en una cantidad que cubre preferentemente por completo el granulado y se cierra el aparato. El aire se desplaza por un gas inerte, tal como nitrógeno. Entonces se calienta el aparato y se ajusta la presión deseada. La presión se ajusta como presión propia del propulsor a la temperatura de tratamiento o se ajusta por aplicación de presión de gas inerte.

Como polvo de metal sinterizable se mencionan, por ejemplo, aluminio, hierro, en particular polvo de carbonilo de hierro, cobalto, cobre, níquel, silicio, titanio y wolframio, de los cuales se prefieren aluminio, hierro, cobre, níquel y titanio. Como aleaciones de metal en forma de polvo se han de mencionar, por ejemplo, aceros de alta o baja aleación así como aleaciones de metal a base de aluminio, hierro, titanio, cobre, níquel, cobalto o wolframio. A este respecto, se pueden emplear tanto polvos de aleaciones ya terminadas como las mezclas de polvos de los constituyentes individuales de la aleación. Se pueden emplear los polvos de metal, polvos de aleación de metal y polvos de carbonilo de metal también mezclados. En caso del empleo de polvos de metal mezclados, los puntos de

fusión de los componentes de la mezcla no deben diferir demasiado entre sí, ya que de lo contrario el componente de menor punto de fusión ya fluye y el componente de mayor punto de fusión queda atrás. Preferentemente, la máxima diferencia de puntos de fusión asciende a 800 °C o menos, en particular a 500 °C o menos y más preferentemente a 300 °C o menos.

5 Son polvos de metal adecuados, por ejemplo, polvos de metal (aplicados por tobera) atomizados que se obtienen mediante pulverización de metal líquido con gases comprimidos.

Como polvo de metal se prefiere polvo de ferrocarbonilo. El polvo de ferrocarbonilo es un polvo de hierro que se prepara mediante de descomposición térmica de compuestos de carbonilo de hierro. Para la obtención de la fluidez y para evitar la aglomeración puede estar revestido, por ejemplo, con SiO<sub>2</sub>. Como inhibidor de la corrosión se puede usar preferentemente también polvo de fosfuro de hierro. El polvo de ferrocarbonilo presenta un tamaño de partícula pequeño y unitario; las partículas presentan una forma esencialmente esférica. Por tanto, la viscosidad en fusión del compuesto con polímeros es muy baja y el punto de fusión es unitario. Se obtienen polvos de ferrocarbonilo adecuados, por ejemplo, por el documento DE 10 2005 062 028.

Otros polvos de metal preferidos son aquellos de aluminio y cobre.

10

20

25

30

35

40

45

Los tamaños de grano de los polvos preferentemente son de 0,1 a 80  $\mu$ m, de forma particularmente preferente de 1,0 a 50  $\mu$ m.

Como polímeros son adecuados polímeros termoplásticos con una buena capacidad de absorción de propulsores, tales como, por ejemplo, polímeros de estireno, poliamidas (PA), poliolefinas, tales como polipropileno (PP), polietileno (PE) o copolímeros de polietileno-propileno, poliacrilatos, tales como poli(metacrilato de metilo) (PMMA), policarbonato (PC), poliéster, tal como poli(tereftalato de etileno) (PET) o poli(tereftalato de butileno) (PBT), poli(sulfonas de éter) (PES), poli(cetonas de éter) o poli(sulfuros de éter) (PES) o mezclas de los mismos. De forma particularmente preferente se emplean polímeros de estireno.

Preferentemente, como polímeros de estireno se emplean poliestireno hialino (GPPS), poliestireno resistente a impacto (HIPS), poliestireno polimerizado de forma aniónica o poliestireno resistente a impacto (A-IPS), copolímeros de estireno-α-metestireno, polímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), estireno-acrilonitrilo (SAN), acrilonitrilo-estireno-éster acrílico (ASA), metacrilato-butadieno-estireno (MBS), polímeros de metacrilato de metilo-acrilonitrilo-butadieno-estireno (MABS) o mezclas de los mismos o con poli(éter de fenileno) (PPE).

Para la mejor dispersión de las partículas en la masa fundida de polímero se pueden añadir, eventualmente, coadyuvantes de dispersión. Son ejemplos poli(óxido de etileno) oligomérico con un peso molecular medio de 200 a 600, ácido esteárico, amida de ácido esteárico, ácido hidroxiesteárico, estearato de magnesio, calcio o cinc, alcoholes grasos, alcoholes grasos etoxilados, sulfonatos de alcohol graso, glicéridos etoxilados y copolímeros de bloques de óxido de etileno y propileno, así como poliisobutileno.

Gracias a un tratamiento térmico se expulsa el polímero. El polvo de metal sinterizable se sinteriza hasta dar un cuerpo de conformado sinterizado poroso. El término "expulsado" ha de comprender procedimientos antepuestos de descomposición y/o pirólisis. El tratamiento térmico se puede realizar en un procedimiento de uno o varios pasos. Preferentemente, en un primer paso se expulsa a una primera temperatura el polímero (desaglutinación) y se sinteriza el cuerpo de conformado desaglutinado obtenido de este modo a una segunda temperatura. La segunda temperatura por norma general se encuentra al menos 100 °C por encima de la primera temperatura. Si se expone el cuerpo de conformado directamente a la temperatura de sinterización, muchas veces se observa una intensa formación de negro de humo sobre el cuerpo de conformado de metal que, probablemente, se debe a una pirólisis demasiado rápida.

Se pueden efectuar la desaglutinación y el procedimiento de sinterización en el mismo aparato; pero se pueden emplear también distintos aparatos. Son hornos adecuados para llevar a cabo la desaglutinación y/o la sinterización hornos de cámara de convección, hornos de retorta de cuba, hornos de convección de carga por carretilla, hornos de campana, hornos elevadores, hornos de mufla y hornos tubulares. Los hornos de cinta, hornos de cámara combinados u hornos de carga por carretilla son adecuados para llevar a cabo las etapas de desaglutinación y sinterización en el mismo aparato.

Los hornos pueden estar provistos de dispositivos para el ajuste de una atmósfera definida de desaglutinación y/o sinterización.

Para la realización de la desaglutinación se prefiere exponer el cuerpo de conformado bruscamente a la temperatura de desaglutinación y no calentarlo lentamente a la temperatura de desaglutinación, ya que de lo contrario se puede derretir el polímero y se pierde la estructura de espuma. Por tanto, por norma general no es razonable dejar el cuerpo de conformado durante la fase de calentamiento en la zona de calentamiento del horno. Para llevar a cabo la desaglutinación en el laboratorio es adecuado, por ejemplo, un horno tubular con un tubo interno largo en el que está dispuesta la muestra durante la fase de calentamiento en el tubo, pero fuera de la zona de calentamiento. En cuanto se ha alcanzado la temperatura objetivo, se puede empujar la muestra a la zona de calentamiento. Para la realización a gran escala de la desaglutinación son adecuados, por ejemplo, en particular hornos de cinta.

La desaglutinación se realiza, preferentemente, en una atmósfera definida. Por norma general se prefiere una atmósfera inerte o una atmósfera reductora, prefiriéndose en particular una atmósfera reductora. En el caso de metales, tales como aluminio, cinc o cobre, para el aumento de la denominada resistencia en verde puede ser apropiado desaglutinar en condiciones ligeramente oxidantes. Por ello se consigue una mejor eliminación de carbono residual y una capa de óxido que aumenta la resistencia en las superficies de las partículas de polvo de metal.

Para la desaglutinación es generalmente adecuada una temperatura de 150 a 800 °C. En el caso del hierro ha dado buen resultado una temperatura de aproximadamente 700 °C, en el caso del aluminio, una temperatura de 400 a 600 °C. La duración depende intensamente del tamaño del cuerpo de conformado.

- A la desaglutinación le sigue un procedimiento de sinterización. Este procedimiento de sinterización se puede efectuar a una temperatura de 250 a 1500 °C. En el caso del hierro ha dado buen resultado una temperatura de sinterización de 900 a 1100 °C, en el caso del aluminio, una temperatura de como máximo 650 °C. La atmósfera de sinterización se puede ajustar al metal usado. Por norma general se prefiere una atmósfera inerte o una atmósfera reductora, prefiriéndose en particular una atmósfera reductora.
- 15 Como atmósfera reductora ha dado buen resultado durante la desaglutinación y/o la sinterización hidrógeno o mezclas de hidrógeno y gas inerte, por ejemplo una mezcla de hidrógeno/nitrógeno. La mezcla de hidrógeno y gas inerte contiene preferentemente al menos el 3 % en volumen de hidrógeno.
  - En el caso de la pirólisis en ciertas circunstancias el cuerpo de conformado puede "esponjarse posteriormente". Puede ser apropiado llevar a cabo la pirólisis es un molde con paredes perforadas, teniendo lugar un llenado del molde así como una compactación y adhesión más intensos.

De acuerdo con la invención se consiguen cuerpos ligeros metálicos porosos de alta resistencia.

La invención se explica con más detalles mediante los siguientes ejemplos.

#### Ejemplo 1:

5

20

40

- a) extrusión de poliestireno con polvo de ferrocarbonilo:
- Se combinaron 4,0 kg de poliestireno (disponible con la denominación 158K de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania) con 16 kg de polvo de ferrocarbonilo (polvo de ferrocarbonilo EQ, disponible en BASF SE) en una extrusora y se granuló la masa fundida mediante desprendimiento en caliente hasta dar el granulado con un tamaño de partícula medio de aproximadamente 3 mm.
  - b) impregnación a presión con pentano:
- Entonces se sumergió el granulado en pentano S (80 % de *n*-pentano, 20 % de *iso*-pentano) y se mantuvo durante 4 horas en un autoclave a presión a una presión de 5 MPa (50 bar) y una temperatura de 40 °C. Se obtuvieron partículas de polímero que estaban cargadas con aproximadamente el 5 % en peso de pentano.
  - c) producción del cuerpo en verde:
- Se introdujo el granulado en un molde de acero con forma de cubo cerrado con 4 cm de longitud de cantos y se calentó el molde durante 10 minutos mediante vapor de agua a aproximadamente 100 °C. Las partículas de polímero se expandieron durante este tratamiento y se fundieron hasta dar un cuerpo en verde se extrajo del molde.
  - d) desaglutinación y sinterización:
  - El cuerpo en verde se serró con ayuda de una sierra en cubos más pequeños y a continuación se puso en una navecilla de porcelana en un tubo de sílice fundida. El tubo de sílice fundida se introdujo horizontalmente en un horno tubular de alta temperatura desplegable (modelo LOBA 11-50 de la empresa HTM Reetz, Berlín, Alemania). El tubo de sílice fundida sobresalía por ambos lados del horno. La navecilla de porcelana se dispuso en primer lugar en un extremo externo del tubo de sílice fundida, es decir, fuera de la zona de calentamiento. A través del tubo de sílice fundida se hizo fluir nitrógeno.
- El horno se ajustó a 700 °C. En cuanto el horno alcanzó una temperatura de 700 °C, se redujo el flujo de nitrógeno el 50 % de 20 l/h a 10 l/h y se conectó el flujo de hidrógeno con 10 l/h. A continuación se empujó la navecilla de porcelana en el tubo de sílice fundida al centro del horno. Después de que la muestra hubiera alcanzado una temperatura de 700 °C, se dejó durante 10 min en la zona de calentamiento. Después se extrajo de nuevo de la zona de calentamiento hacia el extremo del tubo de sílice fundida.
- El horno se ajustó ahora a 900 °C. En cuanto se hubo alcanzado la temperatura teórica, se empujó la navecilla de porcelana de nuevo al centro del horno. Después de alcanzar una temperatura de sinterización de 900 °C, se dejó la muestra durante 15 min en la zona de calentamiento. Después se extrajo la navecilla de porcelana de nuevo de la zona de calentamiento y se desconectó el horno. Después del enfriamiento se extrajo la muestra.

### e) Examen de las propiedades mecánicas:

El examen de las propiedades mecánicas se realizó basándose en la norma de ensayo DIN EN 826 - resistencia a presión de materiales aislantes. En este caso se pueden establecer la tensión de compresión con el 10-100 % de recalcado y también el módulo de elasticidad. Se examinaron muestras con la misma composición que se habían desaglutinado todas a 700 °C durante 10 min, pero que se habían sinterizado a diferentes temperaturas (900 °C y 1000 °C) y con distintos tiempos de permanencia.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

Ensayo	Desaglutinación	Sinterización	Densidad	Tensión máxima	Tensión de compresión con el 10 % de recalcado	Módulo de elasticidad
	[°C/min])	[°C/min]	(g/cm <sup>3</sup> )	(kPa)	(kPa)	(kPa)
1	700/10	900/5	1,27	4187	2527	370285
2	700/10	900/10	1,43	6180	3397	452462
3	700/10	900/15	1,64	10654	6799	668253
4	700/10	900/30	1,59	11.746	9.033	1.211.838
5	700/10	900/60	2,29	14.794	12.247	2.633.667
6	700/10	1000/15	2,39	21.709	18.883	4.777.498
7	700/10	900/30 1000/5	1,98	20.179	17.348	3.608.267
8	700/10	900/15 1000/15	2,28	26.571	19.246	5.103.210

# Ejemplo 2:

5

### 10 Amasado de poliestireno con polvo de ferrocarbonilo:

Se fundieron 70 g de poliestireno 158K (de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania) en una amasadora (modelo Messkneter H60 de la empresa IKA Staufen, Alemania). A continuación se añadieron por porciones 280 g de polvo de ferrocarbonilo EQ. A continuación se amasó la mezcla durante 30 min. Después del amasado se descargó el producto y se granuló de forma gruesa. Los granulados gruesos a continuación se molieron en un molino hasta un diámetro medio de aproximadamente 5 mm. Las otras etapas se realizaron de forma análoga al ejemplo 1.

#### Ejemplo 3:

15

20

30

Amasado de poliestireno con aluminio:

Se fundieron 200 g de poliestireno 158K (de BASF, Ludwigshafen, Alemania) en una amasadora (empresa Linden, Marienheide, Alemania). A continuación se añadieron por porciones 622 g de granalla de aluminio ASMEP123 CL (de la empresa ECKA, Fürth, Alemania) y a continuación se amasaron durante 30 min. Después del amasado se descargó el producto y se granuló de forma gruesa. A continuación, los granulados gruesos se molieron en un molino hasta un diámetro medio de aproximadamente 5 mm. Las otras etapas se realizaron de forma análoga al ejemplo 1, realizándose la desaglutinación y la sinterización en una etapa a lo largo de 5 min a 600 °C.

#### Ejemplo 4:

# 25 Amasado de poliestireno con cobre

Se fundieron 200 g de poliestireno 158 K (de BASF, Ludwigshafen, Alemania) en una amasadora (empresa Linden, Marienheide, Alemania). A continuación se añadieron por porciones 910 g de cobre Rogal GK 0/50 (de la empresa ECKA, Fürth, Alemania) y a continuación se amasaron durante 30 min. Después del amasado se descargó el producto y se granuló de forma gruesa. A continuación, los granulados gruesos se molieron en un molino hasta un diámetro medio de aproximadamente 5 mm. Las otras etapas se realizaron de forma análoga al ejemplo 1, realizándose la desaglutinación a 700 °C a lo largo de 5 min y la sinterización a 850 °C a lo largo de 10 min.

### **REIVINDICACIONES**

- 1. Procedimiento para la producción de cuerpos de conformado sinterizados de metal porosos, en el que se esponjan partículas de polímero expansibles, en las que está disperso un polvo de metal sinterizable, hasta dar un cuerpo de conformado y se somete el cuerpo de conformado a un tratamiento térmico en el que se expulsa el polímero y se sinteriza el polvo de metal sinterizable hasta dar un cuerpo de conformado sinterizado de metal poroso.
- 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que se introducen las partículas de polímero expansibles en un molde y se esponjan.
- 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que las partículas de polímero expansibles se preesponjan antes de la introducción en el molde.
  - 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que la parte en peso del polvo de metal sinterizable disperso, en relación con el peso total de polímero y de polvo de metal sinterizable, es del 60 al 95 % en peso.
- 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de polímero expansibles contienen un propulsor físico.
  - 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que se obtienen las partículas de polímero expansibles al impregnar las partículas de polímero, en las que está disperso el polvo de metal sinterizable, con un propulsor.
  - 7. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 5 o 6, en el que el propulsor está seleccionado entre hidrocarburos alifáticos e hidrocarburos halogenados.
- 20 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el propulsor es pentano.

5

- 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero comprende un polímero o un copolímero de estireno.
- 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo de metal sinterizable presenta un tamaño de partícula medio de 0,1 a 80 µm.
- 25 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo de metal sinterizable está seleccionado de aluminio, hierro, cobre, níquel y titanio.
  - 12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo de metal sinterizable es polvo de ferrocarbonilo.
- 13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de polímero expansibles son esféricas.
  - 14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de polímero expansibles presentan un diámetro de 0,5 a 30 mm.