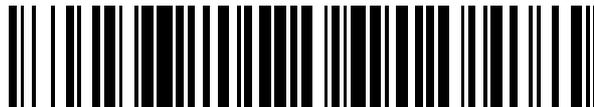


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 548 561**

51 Int. Cl.:

C22C 29/18 (2006.01)

H01B 1/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.05.2000 E 00931806 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.08.2015 EP 1198600**

54 Título: **Elemento de calentamiento por resistencia**

30 Prioridad:

20.05.1999 SE 9901827

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

19.10.2015

73 Titular/es:

**SANDVIK INTELLECTUAL PROPERTY AB
(100.0%)
811 81 Sandviken, SE**

72 Inventor/es:

SUNDBERG, MATS

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 548 561 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

Elemento de calentamiento por resistencia

- 5 La presente invención está relacionada con el uso de un elemento de calentamiento por resistencia eléctrica de tipo de molibdeno-silicio que está pensado para la sinterización de polvo metálico.

10 Los elementos de calentamiento por resistencia del tipo anteriormente mencionado existen desde la década de 1950, por ejemplo con la marca comercial Kanthal Super. Estos elementos suelen consistir principalmente en una fase de tipo metal de MoSi_2 , de forma alternativa de $\text{Mo}_x\text{W}_{1-x}\text{Si}_2$, y también una fase óxido de tipo silicato de aluminio. Se pueden utilizar tipos de material similares a temperaturas de los elementos de hasta 1900°C en atmósfera oxidante.

15 La Patente SE-C-210969 ó la Patente GB-B-924497 describen un elemento que consiste en una fase siliciuro.

20 Lo que hace posible esta elevada temperatura de trabajo es, además del alto punto de fusión del material (superior a 2000°C), la capa de óxido de SiO_2 que se formará y que rápidamente pasiva al material básico protegiéndole frente a la oxidación acelerada y que, gracias a esto, hace posible que el elemento de calentamiento tenga una larga vida útil. Esta capa exterior proporciona una protección duradera en varias atmósferas de horno y de tratamiento térmico, tales como aire, oxígeno, gas nitrógeno/hidrógeno, amoniaco disociado, y otras. Las condiciones que a menudo limitan el uso en estas atmósferas son aquellas en las que una alta temperatura del elemento coincide a la vez con un potencial de oxígeno demasiado bajo, de forma alternativa con un punto de rocío demasiado bajo, en la atmósfera. Lo que sucede si se superan las proporciones críticas entre punto de rocío – temperatura del elemento es que la capa de SiO_2 se vuelve inestable y, debido a ello, después de un cierto periodo de tiempo dicha capa ya no proporciona ninguna protección al material base. Por ejemplo en gas hidrógeno esto sucede a una temperatura del elemento de 1300°C cuando el punto de rocío es menor que aproximadamente -30°C . Para hacer que la capa de SiO_2 permanezca estable a una temperatura del elemento de 1450°C , es necesario un punto de rocío superior a $+20^\circ\text{C}$, es decir, un gas hidrógeno que contenga más del 2,3 por ciento en volumen. Las propiedades de estabilidad de la capa de SiO_2 constituyen una restricción para el uso del elemento en ciertas conexiones.

30 Un ejemplo de aplicación en el que se manifiesta esta limitación es en la sinterización de polvo metálico para producir acero inoxidable. Los componentes del acero inoxidable de grado AISI316L se producen sobre todo mediante compresión de polvo o, de forma alternativa, mediante moldeo por inyección de polvo metálico. A menudo, después de la evaporación del agente ligante a una baja temperatura, es necesaria una sinterización final en el rango de temperatura entre 1300 - 1360°C en atmósfera reductora. El gas reductor puede ser gas hidrógeno puro con un punto de rocío de -40°C a -60°C , valores que corresponden aproximadamente a 0,01 y 0,001 por ciento en volumen de agua, respectivamente. Es necesario obtener el bajo punto de rocío para reducir los óxidos metálicos durante el proceso de sinterización y para, de ese modo, producir un material con alta densidad y buenas propiedades mecánicas. En este ejemplo de aplicación debería ser necesaria una temperatura de elemento de entre 40 1400 y 1550°C , dependiendo de la forma del elemento y del diseño del horno. Por consiguiente, bajo esas condiciones la capa de SiO_2 no es estable sobre elementos de calentamiento basados en MoSi_2 .

45 Los elementos de calentamiento que se utilizan en la actualidad en muchos hornos para sinterización de polvo metálico en el rango de temperatura por encima de 1250 - 1300°C se fabrican, sobre todo, de molibdeno, pero también de tungsteno. Una limitación de este material es, además de su coste total relativamente alto en hornos, la necesidad de mantener a los elementos en todas las circunstancias por encima de 400°C en una atmósfera pobre en oxígeno para evitar que se produzca esa oxidación perjudicial del metal de molibdeno puro. Por ejemplo, esos elementos pueden resultar dañados como consecuencia de fugas en los hornos u otras averías.

50 Los materiales alternativos que existen para el calentamiento por resistencia eléctrica en estas condiciones son aleaciones y compuestos intermetálicos como FeCrAl , NiCr y MoSi_2 (por ejemplo, Kanthal Super como se mencionó anteriormente). Las limitaciones del material MoSi_2 se describieron anteriormente. Cuando se usan en aire, FeCrAl y NiCr forman óxidos de Al_2O_3 y Cr_2O_3 , respectivamente, sobre la superficie. En atmósfera reductora, como gas hidrógeno seco, el rango de temperatura de uso está limitado a aproximadamente 1400°C para FeCrAl y a 1250°C para, por ejemplo, NiCr de la marca registrada Nicrothal 80, respectivamente.

55 En el caso de las aleaciones de NiCr el Cr_2O_3 no es estable por encima de esta temperatura. En el caso de FeCrAl la capa de Al_2O_3 ciertamente permanece estable, pero la vida útil del material a esta temperatura está limitada por la cercana temperatura de fusión de aproximadamente 1500°C . De esta manera, si se debiera usar el FeCrAl para la sinterización de acero 316L, las necesidades de altas temperaturas de los elementos conducirán a vidas útiles muy limitadas.

Sería deseable utilizar un material que combinase la posibilidad de formar alúmina sobre la superficie con una temperatura de fusión considerablemente mayor que 1500°C y que, de ese modo, si fuera necesario, se podría usar

de forma alternativa en atmósfera reductora y en atmósfera oxidante. Además, se podrían eliminar entonces las desventajas de los elementos de molibdeno, dado que los elementos no se tienen que utilizar siempre en una atmósfera pobre en oxígeno.

5 El uso del siliciuro específico se describe en la reivindicación 1.

Se ha mostrado sorprendentemente que, al alear MoSi_2 con Al en una cantidad suficiente y también con una fase de alúmina, se obtiene una fase de siliciuro de alúmina molibdeno, $\text{Mo}(\text{Si})_{1-x}\text{Al}_x)_2$, la cual es estable en gas hidrógeno seco a altas temperaturas. Por ejemplo, en un ensayo de corrosión en gas hidrógeno a 1450°C , se ha mostrado que el material compuesto $\text{MoSi}_{1,6}\text{Al}_{0,4}/\text{Al}_2\text{O}_3$ no muestra ninguna corrosión después de 200 horas, sino un significativo incremento de peso del 0,2%, lo cual responde a una oxidación del aluminio presente en el aluminosiliciuro para formar Al_2O_3 . En una investigación comparativa con Kanthal Super 1800, consistente en MoSi_2 y aproximadamente un 20 por ciento en volumen de silicato de aluminio, se ha mostrado que el peso disminuyó aproximadamente un 30% en las mismas condiciones. En este caso, además de la capa de SiO_2 , la fase MoSi_2 , Mo_5Si_3 y Mo_3Si y también el agente ligante que contiene silicato de aluminio sufrieron reducción.

Es razonable asumir que se pueden utilizar incluso otras composiciones para obtener resultados similares. Por ejemplo, se ha mostrado que $\text{MoSi}_{1,75}\text{Al}_{0,25}/\text{Al}_2\text{O}_3$ forma Al_2O_3 bajo oxidación en aire a 1200°C . Para valores de x en el rango de 0,1-0,6 la fase hexagonal, denominada C-40, de $\text{Mo}(\text{Si},\text{Al})_2$ es estable. Es razonable asumir que la presente invención se podría aplicar incluso con esas composiciones. El valor de x debería estar comprendido entre 0,10-0,60, preferiblemente entre 0,20-0,55.

Con trabajo experimental en conexión con la presente invención se demostró apropiado, que la fase de siliciuro esté comprendida entre 65 y 95 por ciento en peso del peso total del elemento de resistencia, preferiblemente entre 75 y 85 por ciento en peso.

Como se ha mencionado anteriormente, además de la fase de siliciuro, el elemento de resistencia también contiene alúmina.

30 El complemento puede consistir en SiO_2 , de forma apropiada entre 0 y 1 por ciento en peso.

La invención anteriormente descrita se podría utilizar en otras aplicaciones de sinterización, en las que sea necesario un bajo potencial de oxígeno o, de forma alternativa, un bajo punto de rocío. Esto sucede, a veces, en la sinterización de aleación pesada de polvo de tungsteno, ciertos tipos de aleaciones de titanio y compuestos intermetálicos, y también de aceros poco aleados. Por ejemplo, la aleación pesada W-Cu se ha sinterizado en hidrógeno a 1400°C con un punto de rocío de -36°C .

Se espera que la alúmina formada, antes mencionada, sea estable hasta una temperatura de aproximadamente 1595°C , que es la temperatura eutéctica en el sistema $\text{SiO}_2\text{-}3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$ (mullita). Se espera que este óxido tenga propiedades frente a corrosión diferentes a las de la alúmina pura. De ese modo, hasta al menos la temperatura del elemento de aproximadamente 1595°C , este material podría constituir una alternativa general a los elementos de calentamiento de tipo molibdeno.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica que consiste principalmente en una fase de siliciuro de acuerdo con la fórmula $Mo(Si_{1-x}Al_x)_2$, formando dicha fase alúmina sobre la superficie del elemento, estando el valor de x comprendido entre 0,10 y 0,60, para la sinterización de polvo metálico, de polvo de aleación pesada de tungsteno, o de compuestos intermetálicos.
- 10 2. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con la reivindicación 1, donde el polvo metálico es del tipo de aleaciones basadas en hierro.
- 15 3. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con la reivindicación 2, donde el polvo metálico es un acero inoxidable.
4. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con la reivindicación 3, donde la designación de la aleación es AISI316L.
- 20 5. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con la reivindicación 1, para la sinterización de aleaciones de titanio.
6. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con la reivindicación 1, para la sinterización de aceros poco aleados.
- 25 7. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el valor de x está comprendido entre 0,20 y 0,55.
8. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde la fase de siliciuro está comprendida entre 65 y 95 por ciento en peso del peso total del elemento de resistencia, preferiblemente entre 75 y 85 por ciento en peso.
- 30 9. Utilización de un elemento de resistencia eléctrica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el elemento contiene un complemento de SiO_2 además de la fase de siliciuro mencionada y de la Al_2O_3 deseada.

FIG. 1

