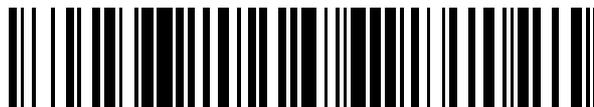


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 632 888**

21 Número de solicitud: 201600197

51 Int. Cl.:

B22F 3/02 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN

B2

22 Fecha de presentación:

14.03.2016

43 Fecha de publicación de la solicitud:

15.09.2017

Fecha de concesión:

12.01.2018

45 Fecha de publicación de la concesión:

19.01.2018

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD DE SEVILLA (100.0%)
Pabellón de Brasil, Paseo de las Delicias s/n
41013 Sevilla (Sevilla) ES**

72 Inventor/es:

**RODRIGUEZ ORTIZ, José Antonio;
TRUEBA MUÑOZ, Paloma;
TORRES HERNÁNDEZ, Yadir y
PAVÓN PALACIO, Juan José**

54 Título: **Dispositivo de compactación de polvos para obtener piezas sinterizadas con porosidad gradiente radial, procedimiento de obtención y uso**

57 Resumen:

La presente invención tiene por objeto un dispositivo que permite realizar dos compactaciones o más concéntricas, en distintas etapas de llenado y compactación, pudiendo emplear masas y presiones diferentes que, una vez sinterizadas, dan como resultado zonas de diferente porosidad en una única pieza y con una transición en gradiente según el diseño. Es de aplicación en soluciones para implantes óseos, piezas autolubricadas, disipadores de calor de alta eficiencia y simulación de combustibles nucleares.

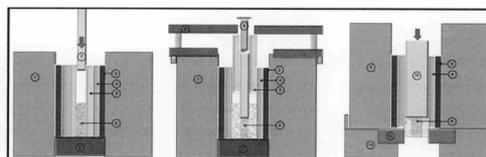


Figura 2

ES 2 632 888 B2

DESCRIPCIÓN

Dispositivo de compactación de polvos para obtener piezas sinterizadas con porosidad gradiente radial, procedimiento de obtención y uso

5 Sector de la técnica

La invención se encuadra en el área de la Ciencia e Ingeniería de Materiales, más concretamente en la fabricación de piezas con geometría habituales en el proceso de tecnología de polvos y con un gradiente radial de porosidad. En particular, es de especial interés en 10 soluciones para implantes óseos, piezas auto lubricadas, disipadores de calor de alta eficiencia y simulación de pastillas de combustible nuclear irradiado o gastado.

Estado de la técnica

15 Un material con gradiente de porosidad es aquel que tiene un reparto no homogéneo de la porosidad en, al menos, una de las tres direcciones del espacio. Uno de los aspectos más empleados es la fabricación de este tipo de piezas basadas en procesos a partir de polvos.

A continuación se describe, brevemente y de manera ordenada, las diferentes técnicas reconocidas en la fabricación de piezas con porosidad gradiente, clasificadas en función de la 20 fuente de aporte de calor durante el proceso de consolidación de los polvos:

1. Materiales con gradiente de porosidad sinterizados aplicando temperatura.

1.1. Técnicas basadas en la Pulvimetalurgia convencional: i) a partir de partículas metálicas de diferente tamaño y/o diferentes coeficientes de difusión: estas técnicas apilan capas con diferentes partículas metálicas y que se compactan posteriormente. Cabe destacar el trabajo de 25 Oh (1) donde la aplica para sinterizar Ti con porosidad gradiente para disminuir el módulo de Young. El resultado sigue dando un módulo elástico aún muy superior a los del hueso. ii) "loose sintering" y límites de la sinterización convencional: abordan la técnica de la Pulvimetalurgia en ausencia de compactación o con muy baja presión de compactación, respectivamente, con lo

cual el volumen del material a sinterizar tiene una mayor cantidad de porosidad (1-6) que la Pulvimetalurgia convencional.

1.2. Técnicas que emplean espaciadores: i) a partir del uso de espaciadores (*space holder*) en diferentes tamaños y/o proporciones, combinado con técnicas de PM: Esta técnica requiere del

5 empleo de partículas espaciadoras para generar poros adicionales, incluyendo la variante de apilación de capas con distintas concentraciones de espaciador, en la mezcla con polvo, entre una capa y la consecutiva. Se requiere la eliminación de la partícula espaciadora (por lixiviación o evaporación, según la tipología) ii) por generación de zonas porosas sobre núcleos sólidos: Este tipo de técnicas abordan la idea de combinar un núcleo sólido con una capa exterior porosa
10 que sirva para facilitar el *in-growth* del tejido óseo mientras que el núcleo garantiza la resistencia mecánica. Es destacable el trabajo de Dewidar y Lim (2008) donde aplican con éxito esta técnica en la aleación $TiAl_6V_4$ (7), fabricando muestras con diferentes porosidades superficiales (30, 50 y 70%). iii) Hot Isostatic Press (HIP) y Capsule-Free Hot Isostatic Pressing (CF-HIP): se emplean espaciadores como los descritos en las otras técnicas, pero se realiza la densificación con un
15 prensado isostático en caliente. Por ejemplo, NaF se utiliza en conjunción con HIP o NH_4HCO_3 con su variante CF-HIP. iv) sinterización con preformas esféricas huecas: Esta técnica consigue materiales altamente porosos por sinterización de esferas huecas metálicas obtenidas previamente. Ha sido empleada ampliamente con Cu, Ni, acero y Ti. v) moldeo por inyección de polvo metálico (MIM): combina el conformado de piezas complejas gracias al moldeo por
20 inyección, con las prestaciones mecánicas de las aleaciones metálicas. Se mezclan los polvos metálicos y espaciadores, con lubricantes y plastificantes que actúan como conductores de la carga metálica y permiten dar fluidez al conjunto, para posibilitar su inyección en moldes y obtener un conformado en verde para sinterizar.

1.3. Técnicas de moldeo por enfriamiento direccional: Se emplean para obtener porosidad
25 alargada y dirigida (8-9). Ha sido tradicionalmente empleado para procesar materiales cerámicos (10) y, de manera más reciente, para la producción de espumas metálicas (11). Esta técnica ha sido revisada y aplicada en Ti por Dunand y Chino (11) empleando agua como fluido y aplicando una solidificación direccional en la congelación de la misma, obteniendo un material altamente anisotrópico. Hay otros trabajos como el realizado por Yook (12), donde se utiliza una
30 suspensión de canfeno y TiH_2 , que reduce al mínimo la contaminación por oxígeno.

1.4. Otras Técnicas: i) empleando agentes espumantes: Se mezclan los agentes espumantes con polvos, para después continuar por ruta PM convencional. Al elevarse la temperatura se provoca la liberación del gas y la fusión total o parcial del metal lo que permite la formación de poros

que se estabilizan durante el enfriamiento. ii) a partir de gas atrapado en polvo metálico: La expansión controlada de Ar atrapado en compactos de polvo metálico es más conocida, para después continuar por ruta de PM convencional. iii) técnicas de auto-propagación a alta temperatura, SHS: se basan en reacciones químicas fuertemente exotérmicas, cuyo calor desprendido permite su auto propagación mediante una onda o frente de combustión. iv) técnicas de réplica de esqueletos: Estas técnicas se basan fundamentalmente en la inmersión de estructuras realizadas en material polimérico en una suspensión de polvo y aglutinante, para proceder a su posterior secado. De esta manera se consigue reproducir la geometría del esqueleto base y cuando está completamente seco el polvo metálico, se elimina por proceso térmico el esqueleto polimérico, quedando el material preparado para sinterizar.

II. Materiales con gradiente de porosidad sinterizados con corriente eléctrica.

II.1. Técnicas de sinterización asistidas por campo eléctrico: se denominan también *Electric Current Assisted Sintering* (ECAS). Básicamente, se trata de utilizar corriente eléctrica para impulsar o mejorar la sinterización de los polvos como consecuencia del efecto Joule, ayudado por la aplicación de una pequeña carga a compresión. Las dos variantes más empleadas son: i) Sinterización por Resistencia Eléctrica (SRE) y ii) Spark Plasma Sintering (SPS).

II.2. Técnicas de electro-descarga de condensadores (EDC): los trabajos realizados con esta técnica han evaluado las diferentes energías empleadas, el tamaño de poros y de los cuellos obtenidos, así como las propiedades mecánicas (13). Se han evaluado dos variantes respecto a la configuración de los electrodos, la energía de entrada y la masa de la muestra (14) y todos los resultados indican la viabilidad de fabricar implantes dentales de Ti comercial por técnicas de atomización de polvo y EDC. Autores, como Wen, han obtenido los parámetros adecuados para fabricar implantes porosos de Ti c.p. mediante EDC (15). Por otro lado, se han desarrollado procesos para la fabricación de espumas metálicas a partir de polvo de Ti y Mg (16) con técnicas de electro descarga, que tienen unas excepcionales características.

III. Materiales con gradiente de porosidad sinterizados por otras técnicas.

III.1. Fusión selectiva por láser (SLS): ha demostrado ser un medio eficaz para la construcción de implantes dentales con un material funcionalmente graduado, que se adapta mejor a la propiedades elásticas del hueso (1, 17). Es destacable el trabajo de Traini en 2008 (18), donde los autores exponen la técnica de fabricación de una muestra con porosidad gradiente desde el

interior a la superficie exterior fabricada por SLS, partiendo de una aleación de TiAl6V4 por sinterización capa a capa de polvo metálico.

5 *III.2. Técnicas de Sinterización por Haz de Electrones (EBM):* se basan en el fenómeno de generación de un haz de electrones (por campos eléctricos y magnéticos) y como al chocar el haz de electrones con una materia sólida se transforma la energía cinética en una alta transferencia de calor. Este fenómeno da la posibilidad conseguir un calentamiento local muy rápido y controlado, lo suficientemente potente como para sinterizar una capa de polvo metálico. Es un proceso aditivo donde se sinteriza capa a capa hasta completar la pieza.

10 *III.3. Técnicas de Impresión en 3D:* se utilizan para generar piezas tridimensionales complejas directamente a partir de un modelo de ordenador por impresión en capas y ha tenido un gran auge en la última década, con el desarrollo de las impresoras 3D y las técnicas de CAD. Se generan capas de material una encima de otra y el proceso de estratificación se repite hasta que se completa la pieza.

15 A pesar de las técnicas existentes para la fabricación de este tipo de piezas, sería deseable obtener compactos con porosidad gradiente radial que permitan el control de la porosidad en las diferentes zonas de la pieza (núcleo, coronas intermedia y exterior para lo cual se pueden fijar, variar y/o combinar los siguientes parámetros del procedimiento: 1) tipo de técnica pulvimetalúrgica (convencional y espaciadores), 2) presión de compactación y 3) tipo
20 tamaño y proporción del espaciador.

La invención responde a la necesidad de desarrollar e implementar técnicas de fabricación de piezas con porosidad gradiente y controlada en, al menos, tres sectores diferentes: biomédico (fundamentalmente implantes óseos), aeroespacial (disipadores de calor en vehículos espaciales) y energía nuclear (simulación de pastillas de combustible nuclear irradiado o
25 gastado). La fabricación de esta tipología de materiales, supone un gran avance en la réplica estructural de aquellas partes a las que pretende sustituir para mimetizar u obtener mejoras.

1. Biomedicina, para la fabricación de implantes óseos: Materiales como el titanio comercialmente puro y su aleación TiAl₆V₄, tienen el mejor comportamiento *in vivo* (norma ISO10993-1) y propiedades mecánicas específicas elevadas. Además son bioinertes y estables
30 químicamente, presentando una resistencia a la corrosión excelente, especialmente frente a los ambientes fisiológicos. Todo ello hacen que sean los más empleados en estas aplicaciones. Sin embargo presentan desventajas que en muchos casos comprometen la fiabilidad de los implantes y las prótesis: 1) capacidad de osteointegración limitada, que hacen necesaria su

optimización de modo que disminuya el riesgo de aflojamiento del implante, 2) Una marcada diferencia de rigidez muy superior a la de los tejidos óseos que se pretenden sustituir. Esto implica un apantallamiento de las tensiones que promueve la reabsorción ósea, con lo cual la densidad del hueso adyacente disminuye, incrementándose así la probabilidad de fractura. En este contexto, es muy interesante diseñar materiales para nuevos implantes con una porosidad gradiente "a la carta", inspirado en los sistemas biomecánicos receptores, siempre garantizando el equilibrio mecánico, y además el equilibrio biológico de manera que se facilite el *in-growth* y se mejore la osteointegración. Un ejemplo es porosidad gradiente en dirección radial asemejando la estructura del tejido óseo en discos intervertebrales y la sustitución de tejido óseo afectado por tumores.

2. Vehículos espaciales, para fabricación de dispositivos tipo *Loop Heat Pipe*: Estos dispositivos realizan una transferencia de calor de alta eficiencia, disipando el calor generado en las placas soporte de la electrónica al espacio exterior a través de la superficie del radiador. El funcionamiento de este dispositivo se basa en el efecto diodo: transmisión de calor en una sola dirección. Primero, el calor entra en el evaporador y vaporiza el fluido de trabajo en la superficie exterior de la denominada mecha primaria, también conocida comúnmente por su palabra inglesa, *wick*. Las mechas no son más que materiales metálicos porosos. La posibilidad de fabricar esta porosidad gradiente radial en vez de homogénea hacer pensar en un efecto directo de mejora en la eficiencia de estos dispositivos.

3. Combustibles nucleares, para fabricación de materiales que simulan la estructura de las pastillas de combustible nuclear irradiado o gastado: El uso de combustibles nucleares reales, plantea la necesidad de conocer en detalle el comportamiento del combustible irradiado o gastado, almacenado en un repositorio intermedio o definitivo, para poder satisfacer sus exigencias. A escala de laboratorio, se emplean materiales cerámicos que son similares a los combustibles nucleares y que simulan algunas de las características de las pastillas de combustible irradiado o gastado real, como son las propiedades mecánicas, propiedades químicas, formación de óxidos, fases secundarias, etc. Entre todos los análogos que se emplean para el estudio de la caracterización del combustible irradiado o gastado, el CeO_2 está siendo ampliamente usado debido a que su estructura es semejante a la estructura y propiedades de los óxidos de uranio y actínidos como el plutonio. En este contexto, es muy interesante emplear materiales con gradiente radial simulando la estructura real de las pastillas de combustible nuclear tras reaccionar en el reactor como consecuencia de la aparición de He, gases y otros productos de fisión que se forman durante las reacciones y que interaccionan y modifican la microestructura del propio combustible.

Referencias

- [1] Oh et al. Microstructures and Mechanical Properties of Porosity-Graded. 2003, Materials Transactions, Vol. 44, No. 4 (2003) pp. 657 to 660.
- [2] Asaoka K., et al. s.l.: Journal of Biomedical Materials Research. 19(6): p. 699-713., 1985.
- 5 [3] Cirincione R., et al. Processing and Properties of Lightweight Cellular Metals and Structures. 2002.
- [4] Dunand, D. C. Processing of titanium foams. 2004. Advanced Engineering Materials. 6(6): p. 369-376.
- [5] Schuh, C., et al. 2000. Acta Materialia, 48(8): p. 1639-1653.
- 10 [6] Taylor, N., et al. 1993. Acta Metallurgica Et Materialia. 41(3): p. 955-965.
- [7] Dewidar, Lim. Propiedades de Ti-6Al-4V de núcleo sólido y la superficie porosa. 2008, Journal of Alloys and Compounds 454,442–446.
- [8] Singh R., Lee P.D., Dashwood R.J. Lindey T.C. Titanium foams for biomedical applications: a review. 2010, Materials Technology, Vol 25, NO 3/4, pag:127-136.
- 15 [9] Ryan, G. E., et al. Biomaterials. 2008. 29(27): p. 3625-3635.
- [10] Studart A.R, Gonzenbach U.T, Tervoort E, Gauckler L. J. 2006, J. Am. Ceram. Soc., 89, (6), 1771.
- [11] Chino Y., Dunand D.C. Directionally freeze-cast titanium foams with aligned elongated pores. 2008; Acta Materialia, 56, 105-113.
- 20 [12] Yook S.W., Yoon B.H., Kim H.E., Koh Y.H. and Kim Y.S. 2008: Mater. Lett., 62, (30), 4506–4508.
- [13] Okazaki, Lifland y. Las propiedades mecánicas de un implante dental de Ti-6Al-4V. 1993.
- [14] Lifland M.L., Okazaki K. Properties of titanium dental implants produced by electro-discharge compaction. 1994. Clinical Material. V17. Pages 203–209.
- 25 [15] Wen, C. E., et al. Procesado de Ti y Mg poroso y biocompatible. 2001, Scripta Materialia, 45(10): p. 1147-1153.
- [16] Lee, W. H. and Hyun, C. Y. Journal of Materials Processing Technology, 2007. 189(1-3): p. 219-223. 2007, Journal of Materials Processing Technology. 189(1-3): p. 219-223.
- [17] Vamsi Krishna, B., et al. 2008. Acta Biomaterialia, 4(3): p. 697-706.
- 30 [18] Traini, Mangano, Sammons, Macchi, Piattelli. Sinterización metálica por láser directo, como nuevo enfoque para la fabricación de un material isoelástico funcionalmente graduado para la fabricación de implantes dentales de Ti porosos. 2008.

Descripción detallada de la invención

La presente invención tiene por objeto un dispositivo de compactación de polvos para obtener piezas sinterizadas con porosidad gradiente radial, así como el procedimiento de obtención de las piezas sinterizadas y sus correspondientes usos

- 5 El dispositivo, fabricado de materiales tales como aceros de lata resistencia, WC-Co, acers rápidos, cerámicas, etc, permite obtener una pieza con un gradiente radial de N capas (donde N varía de 2 hasta un valor entero que dependerá del ancho de las capas y el diámetro total de la pieza, siendo este último un máximo de 300mm) está constituido por los siguientes elementos, cuando se aplica una única presión uniaxial con simple efecto superior en la
- 10 compactación:
- a) 1 matriz.
 - b) 1 sufridera
 - c) Juego de punzones de compactación, formado por: 1 punzón-núcleo y (N-1) punzones-casquillos.
 - 15 d) Utillaje de extracción, formado por: 1 base extractora, N extractores y sus correspondientes suplementos de base extractora.
 - e) Utillaje de centrado, formado por 1 centrador y 1 base de centrado.

En el caso de aplicar presión de compactación uniaxial con doble efecto, es decir, superior e

20 inferior, el dispositivo estará constituido por:

- a) 1 matriz.
- b) Juego de punzones de compactación, formado por: 1 pareja de punzón-núcleo (superior e inferior), (N-1) parejas de punzones-casquillos.
- c) Utillaje de extracción, formado por: 1 base extractora, N extractores y sus
- 25 correspondientes suplementos de base extractora.
- d) Utillaje de centrado, formado por 1 centrador y 1 base de centrado

El dispositivo permite fabricar piezas a partir de cualquier tipo de material y mezcla en polvo, con o sin espaciadores, y sus respectivas combinaciones. Los polvos y espaciadores pueden

30 tener composición, tamaño de partículas y morfología diferente.

En el caso de utilizar espaciadores, hay que proceder a su eliminación previamente a la etapa de sinterización, de manera adecuada según su naturaleza (por tratamiento térmico o lixiviación).

Además, permite obtener piezas a partir de polvos diferentes y sus combinaciones. Además se puede usar diferentes presiones de compactación, geometrías, tipos de lubricación, diseños de gradiente de porosidad radial. A continuación se detallan estas posibles variaciones:

5 El dispositivo permite aplicar presiones de compactación iguales y/o diferentes (tanto en el núcleo como en las distintas capas concéntricas i) y fabricar piezas con cualquier geometría o combinación, de sección constante o escalonada (cilíndrica, poligonal regular o irregular), para obtener volúmenes de dos o más capas concéntricas, incluso con el núcleo hueco.

10 Dependiendo de la capacidad de las prensas y de las propiedades mecánicas de los materiales usados para fabricar el dispositivo de compactación, así como del grado de compresibilidad de los materiales a compactar y de forma orientativa, la altura de las piezas en verde puede variar entre 1 y 40 mm y la anchura o diámetro, dependiendo del número y espesor de las capas del gradiente, variará entre 6 y 300 mm.

La lubricación descrita en el procedimiento de obtención puede ser sustituida por una lubricación en masa de la mezcla de material en polvo.

15 El uso del dispositivo permite obtener diferentes diseños de gradiente radial de porosidad, pudiendo variar éste, desde el núcleo del compacto hacia el exterior, de forma creciente y/o decreciente, total o por zonas. Para obtener los gradientes diseñados se puede variar y/o combinar:

- Material en polvo de partida: tipo, tamaño y morfología de partículas.
- 20 – Uso de espaciadores: proporción, tamaño y morfología de partículas.
- Presiones de compactación.
- Temperatura, tiempo y atmósfera de sinterización.

Descripción detallada del procedimiento de obtención

25 A continuación se describe de manera detallada el procedimiento de obtención en sus dos variantes A) y B).

A. Aplicando presión de compactación uniaxial con simple efecto.

Comprende las siguientes etapas:

- 5 a) Preparación y homogenización del material: se calcula la masa necesaria del material en polvo, en función de las dimensiones finales de la pieza y la porosidad diseñada en cada capa. La porosidad dependerá del polvo o la mezcla de polvo con espaciadores y lubricantes en cada caso.
- 10 b) Primera compactación en la que se obtiene la pieza núcleo en verde. Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1)** se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo de menor diámetro; **2)** se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, sufridera y (N-1) punzón-casquillo, comenzando desde el correspondiente a la capa N; **3)** se llena de material en polvo el hueco cilíndrico central; **4)** se compacta el polvo con el punzón-núcleo; **5)** se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el suplemento correspondiente, para extraer el núcleo en verde utilizando el extractor-núcleo y, finalmente; **6)** se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.
- 15 c) Compactación de las capas i consecutivas ($2 \leq i \leq N$). Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1)** se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo (i+1); **2)** se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, sufridera y punzones-casquillos desde el N hasta el (i+1); **3)** se coloca y se centra la pieza en verde obtenida tras la última compactación (i-1); **4)** se centra el montaje de punzones correspondiente (hasta i-1) con el utillaje de centrado y el centrador; **5)** se llena de material en polvo el hueco de la capa i; **6)** se retira el utillaje de centrado; **7)** se compacta el polvo con el punzón capa i; **8)** se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el correspondiente suplemento i; **9)** se extrae toda la pieza prensada hasta el momento con el extractor-capas i y, finalmente; **10)** se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.
- 20 d) Sinterización de la pieza resultante. Tiene lugar en un horno a temperatura, tiempo y atmósfera apropiadas para el material utilizado.
- 25

30 **B. Aplicando presión de compactación uniaxial con doble efecto.**

Comprende las siguientes etapas:

- a) Preparación y homogenización del material: se calcula la masa necesaria del material en polvo, en función de las dimensiones finales de la pieza y la porosidad diseñada en cada

capa. La porosidad dependerá del polvo o la mezcla de polvo con espaciadores y lubricantes en cada caso.

- b) Primera compactación en la que se obtiene la pieza núcleo en verde. Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1)** se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo de menor diámetro; **2)** se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, (N-1) punzones-casquillos, comenzando desde el correspondiente a la capa N; **3)** se llena de material en polvo el hueco cilíndrico central; **4)** se compacta el polvo con la pareja de punzones-núcleo; **5)** se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el suplemento correspondiente, para extraer el núcleo en verde utilizando el extractor-núcleo y, finalmente; **6)** se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.
- c) Compactación de las capas i consecutivas ($2 \leq i \leq N$). Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1)** se lubrica la superficie interior de la pareja de punzones-casquillos (i+1); **2)** se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz y punzones-casquillos desde el N hasta el (i+1); **3)** se coloca el montaje de punzones inferiores, formado por el punzón-núcleo y los punzones-casquillos hasta la capa i; **4)** se coloca y se centra la pieza en verde obtenida tras la última compactación (i-1); **5)** se centra el montaje de punzones superiores correspondiente (hasta i-1), con el utillaje de centrado y el centrador; **6)** se llena de material en polvo el hueco de la capa i; **7)** se retira el utillaje de centrado; **8)** se compacta el polvo con la pareja de punzones capa i; **9)** se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el correspondiente suplemento i; **10)** se extrae toda la pieza prensada hasta el momento con el extractor-capa i y, finalmente; **11)** se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.
- d) Sinterización de la pieza resultante: Tiene lugar en las condiciones apropiadas para el material utilizado (temperatura, tiempo y atmósfera).

Ejemplo de realización de la invención

La presente invención se ilustra con el siguiente ejemplo no limitativo: *cilindro de Ti c.p. con porosidad gradiente radial en 3 capas concéntricas*. Comprende las siguientes etapas:

- a) Preparación y homogenización del material: se calcula la masa necesaria de polvo de Ti c.p. Grado IV, con densidad = 4.51 g/cm³ y tamaño medio de las partículas de 59 μm, en función de la altura y la porosidad previamente diseñada en cada capa. Se dispone de la curva de compresibilidad del polvo. Se recoge en la siguiente Tabla 1, los diámetros y las alturas del diseño así como presión de compactación, densidad relativa y masa calculada en cada capa.

Tabla 1. Dimensiones, presión de compactación, densidad relativa y masa por capas.

| Capa | Diámetro (mm) | Altura (mm) | Presión compactación (MPa) | Densidad relativa (%) | Masa Ti (g) |
|--------|---------------|-------------|----------------------------|-----------------------|-------------|
| Núcleo | 8 | 20 | 500 | 78.00 | 3.53 |
| N=2 | 14 | 20 | 250 | 63.75 | 5.96 |
| N=3 | 20 | 20 | 125 | 54.37 | 7.85 |

- b) Primera compactación en la que se obtiene la pieza núcleo en verde. Tiene lugar tras los siguientes pasos:

- 1) Se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo de diámetro 14mm, con suspensión lubricante de cera en acetona (20 g de cera por 100 cm³ de acetona).
- 2) Se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, sufridera, punzón-casquillo de la capa N=3 y punzón-casquillo de la capa N=2.
- 3) Se llena el hueco central con 3.53 g de Ti c.p.
- 4) Se compacta el polvo con el punzón-núcleo a 500 MPa en una máquina de carga uniaxial universal.
- 5) Se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el suplemento de base extractora para N=1, para extraer el núcleo en verde utilizando el extractor para N=1.
- 6) Se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a 500°C de temperatura durante 60 minutos en alto vacío.

- c) Compactación de las capa N= 2. Tiene lugar tras los siguientes pasos.

- 1) Se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo de diámetro 20mm, con suspensión lubricante de cera en acetona (20 g de cera por 100 cm³ de acetona).
- 2) Se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, sufridera y punzón-casquillo de la capa N=3

- 3) Se coloca y se centra la pieza en verde obtenida en la compactación anterior.
- 4) Se centra el montaje de punzón–núcleo con el utillaje de centrado y el centrador.
- 5) Se llena el hueco de la capa N=2 con 5.96 g de Ti c.p.
- 6) Se retira el utillaje de centrado
- 5 7) Se compacta el polvo con el punzón-casquillo de la capa N= 2, a 250 MPa en una máquina de carga uniaxial universal.
- 8) Se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el correspondiente suplemento de base extractora N=2.
- 9) Se extrae toda la pieza prensada hasta el momento con el extractor de la capa N=2
- 10 10) Se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a 500°C de temperatura durante 60 minutos en alto vacío.
- d) Compactación de las capa N= 3. Tiene lugar tras los siguientes pasos.
 - 1) Se lubrica la superficie interior de la matriz con suspensión lubricante de cera en acetona (20 g de cera por 100 cm³ de acetona).
 - 15 2) Se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz y sufridera.
 - 3) Se coloca y se centra la pieza en verde obtenida en la compactación anterior.
 - 4) Se centra el montaje de punzón–núcleo y punzón-casquillo de la capa N=2, con el utillaje de centrado y el centrador.
 - 5) Se llena el hueco de la capa N=3 con 7.85 g de Ti c.p.
 - 20 6) Se retira el utillaje de centrado.
 - 7) Se compacta el polvo con el punzón-casquillo de la capa N= 3, a 125 MPa en una máquina de carga uniaxial universal.
 - 8) Se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el correspondiente suplemento de base extractora N=3.
 - 25 9) Se extrae toda la pieza prensada hasta el momento con el extractor de la capa N=3
 - 10) Se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a 500°C de temperatura durante 60 minutos en alto vacío.
 - e) Sinterización de la pieza resultante: La pieza resultante en verde se introduce en el horno de sinterización a 1250 °C, en alto vacío, durante 2 horas. Las características de la pieza acabada están recogidas en la siguiente Tabla 2.
 - 30

Tabla 2.- Características mecánicas y geométricas de la pieza a acaba.

| Capa | M.de Young Experiment. (GPa) | Límite de fluencia (MPa) | Porosidad Experiment. (% Vol) | Diámetro exterior (mm) | Altura (mm) |
|--------|------------------------------|--------------------------|-------------------------------|------------------------|-------------|
| Núcleo | 77 | 283.5 | 14 | 7 | 18.50 |
| N=2 | 31 | | 38 | 15 | 17.80 |
| N=3 | 11 | | 57 | 18 | 18.70 |

Descripción de las figuras

- 5 **Figura 1.-** Describe las partes que componen el dispositivo de compactación uniaxial para su uso con simple efecto (A) y doble efecto (B), en el caso de obtención de piezas cilíndricas con capas N=4.
- 1.-matriz
 - 2.-sufridera
 - 10 3 y 3b.-punzón-casquillo de la capa N=4
 - 4 y 4b.-punzón-casquillo de la capa N=3
 - 5 y 5b.-punzón-casquillo de la capa N=2
 - 7 y 7b.-punzón-núcleo
 - 8.-base centradora
 - 15 9.-centrador
 - 10.-base extractora
 - 11.-suplemento base extractora núcleo
 - 12.-suplemento base extractora capa N=2
 - 13.-suplemento base extractora capa N=3
 - 20 14.-suplemento base extractora capa N=4
 - 15.-extractor capa N=2
 - 16.-extractor capa N=3
 - 17.-extractor capa N=4

Figura 2.- Secciones longitudinales del dispositivo en tres momentos diferentes del procedimiento de compactación uniaxial con simple efecto (A). Caso de obtención de piezas cilíndricas con capas N=4. Imagen Izquierda: compactación del núcleo. Imagen central: centrado para la compactación de la capa N=2. Imagen derecha: extracción tras la compactación de la capa N=2.

6. Polvo Ti c.p.

Figura 3.- Secciones longitudinales del dispositivo en tres momentos diferentes del procedimiento de compactación uniaxial con doble efecto (B). Caso de obtención de piezas cilíndricas con capas N=4. Imagen Izquierda: compactación del núcleo. Imagen central: centrado para la compactación de la capa N=2. Imagen derecha: extracción tras la compactación de la capa N=2.

REIVINDICACIONES

1.- Dispositivo de compactación de polvos para obtener piezas sinterizadas con porosidad gradiente radial, caracterizado porque comprende:

- a) Una matriz.
- 5 b) Una sufridera
- c) Juego de punzones de compactación, formado por: 1 punzón-núcleo y $(N-1)$ punzones-casquillos.
- d) Utillaje de extracción, formado por: 1 base extractora, N extractores y sus correspondientes suplementos de base extractora.
- 10 e) Utillaje de centrado, formado por 1 centrador y 1 base de centrado.

2.- Procedimiento de obtención de piezas sinterizadas utilizando el dispositivo descrito en la reivindicación 1 caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

- 15 a) Preparación y homogenización del material: se calcula la masa necesaria del material en polvo, en función de las dimensiones finales de la pieza y la porosidad diseñada en cada capa. La porosidad dependerá del polvo o la mezcla de polvo con espaciadores y lubricantes en cada caso.
- 20 b) Primera compactación en la que se obtiene la pieza núcleo en verde. Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1)** se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo de menor diámetro; **2)** se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, sufridera y $(N-1)$ punzón-casquillo, comenzando desde el correspondiente a la capa N; **3)** se llena de material en polvo el hueco cilíndrico central; **4)** se compacta el polvo con el punzón-núcleo; **5)** se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el suplemento correspondiente, para extraer el núcleo en verde utilizando el extractor-núcleo y, finalmente; **6)** se eliminan los restos de lubricante dentro del
- 25 c) Compactación de las capas i consecutivas ($2 \leq i \leq N$). Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1)** se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo $(i+1)$; **2)** se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, sufridera y punzones-casquillos desde el N hasta el $(i+1)$; **3)** se coloca y se centra la pieza en verde obtenida tras la última compactación $(i-1)$; **4)** se centra el montaje de punzones correspondiente (hasta $i-1$) con el utillaje de centrado y el centrador; **5)** se llena de material en polvo el hueco de la capa i ; **6)** se retira el utillaje de centrado; **7)** se compacta el polvo con el punzón
- 30

capa i; **8**) se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el correspondiente suplemento i; **9**) se extrae toda la pieza prensada hasta el momento con el extractor-capla i y, finalmente; **10**) se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.

- 5 d) Sinterización de la pieza resultante: Tiene lugar en un horno a temperatura, tiempo y atmósfera apropiadas para el material utilizado.

3. -Procedimiento según reivindicación 2, caracterizado porque se aplica una presión de compactación uniaxial con simple efecto superior.

10

4.- Dispositivo de compactación de polvos para obtener piezas sinterizadas con porosidad gradiente radial, caracterizado porque comprende:

- a) Una matriz.
- b) Un juego de punzones de compactación, formado por: 1 pareja de punzón-núcleo (superior e inferior), (N-1) parejas de punzones-casquillos.
- 15 c) Utillaje de extracción, formado por: 1 base extractora, N extractores y sus correspondientes suplementos de base extractora.
- d) Utillaje de centrado, formado por 1 centrador y 1 base de centrado.

20 5.- Procedimiento de obtención de piezas sinterizadas utilizando el dispositivo descrito en la reivindicación 4 caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) Preparación y homogenización del material: se calcula la masa necesaria del material en polvo, en función de las dimensiones finales de la pieza y la porosidad diseñada en cada capa. La porosidad dependerá del polvo o la mezcla de polvo con espaciadores y lubricantes en cada caso.

25

b) Primera compactación en la que se obtiene la pieza núcleo en verde. Tiene lugar tras los siguientes pasos: **1**) se lubrica la superficie interior del punzón-casquillo de menor diámetro; **2**) se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz, (N-1) punzones-casquillos, comenzando desde el correspondiente a la capa N; **3**) se llena de material en polvo el hueco cilíndrico central; **4**) se compacta el polvo con la pareja de punzones-núcleo; **5**) se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el suplemento correspondiente, para extraer el núcleo en verde utilizando el

30

extractor-núcleo y, finalmente; **6)** se eliminan los restos de lubricante dentro del horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.

c) Compactación de las capas i consecutivas ($2 \leq i \leq N$). Tiene lugar tras los siguientes

pasos: **1)** se lubrica la superficie interior de la pareja de punzones-casquillos ($i+1$);

2) se colocan por este orden las partes del dispositivo: matriz y punzones-casquillos

desde el N hasta el ($i+1$); **3)** se coloca el montaje de punzones inferiores, formado

por el punzón-núcleo y los punzones-casquillos hasta la capa i ; **4)** se coloca y se

centra la pieza en verde obtenida tras la última compactación ($i-1$); **5)** se centra el

montaje de punzones superiores correspondiente (hasta $i-1$), con el utillaje de

centrado y el centrador; **6)** se llena de material en polvo el hueco de la capa i ; **7)** se

retira el utillaje de centrado; **8)** se compacta el polvo con la pareja de punzones capa

i ; **9)** se sitúa todo el conjunto sobre la base extractora y el correspondiente

suplemento i ; **10)** se extrae toda la pieza prensada hasta el momento con el

extractor-capa i y, finalmente; **11)** se eliminan los restos de lubricante dentro del

horno a una temperatura y tiempo adecuado dependiendo el tipo de lubricante.

d) Sinterización de la pieza resultante: Tiene lugar en las condiciones apropiadas para el material utilizado (temperatura, tiempo y atmósfera).

6. -Procedimiento según reivindicación 5, caracterizado porque se aplica una presión de compactación uniaxial con doble efecto superior e inferior.

7.- Piezas sinterizadas obtenidas según reivindicaciones anteriores, para su uso en implantes óseos, piezas auto lubricadas, disipadores de calor de alta eficiencia y simulación de pastillas de combustible nuclear irradiado o gastado.

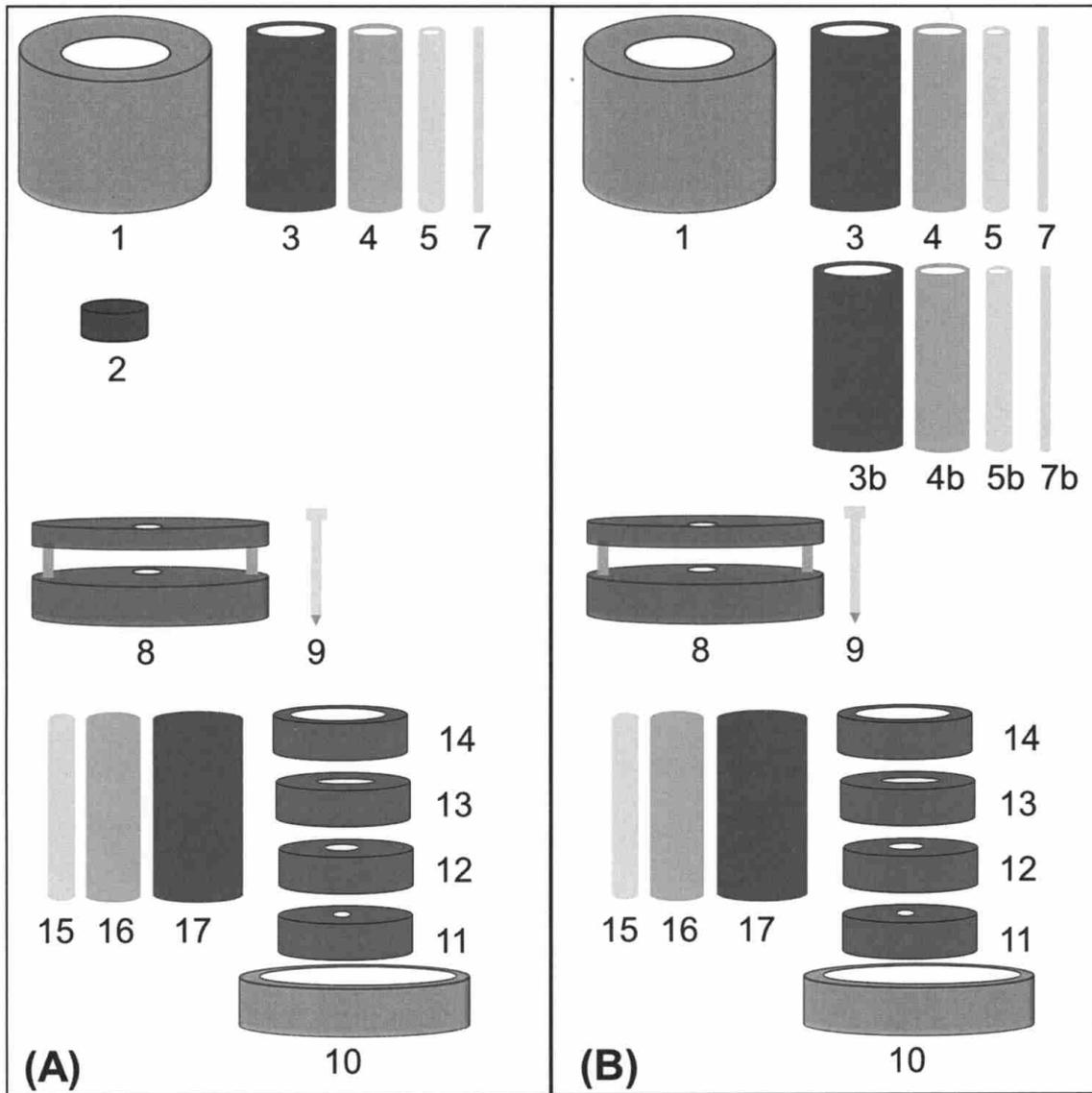


Figura 1

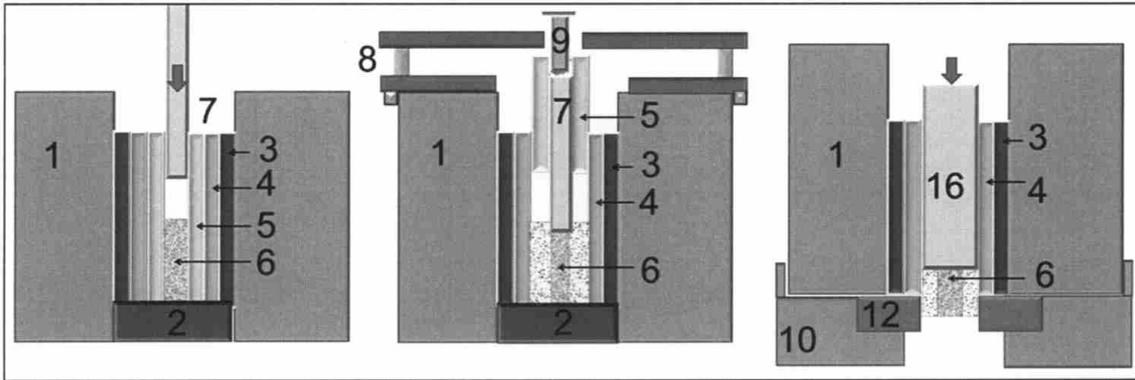


Figura 2

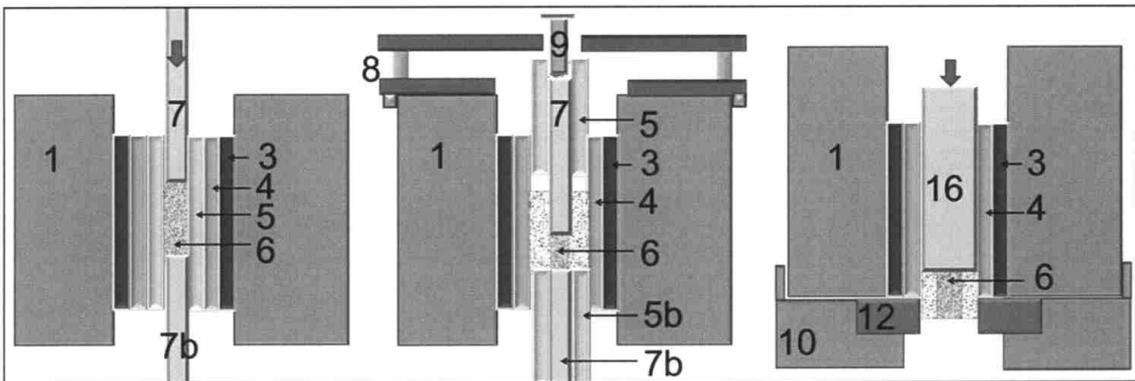


Figura 3



②① N.º solicitud: 201600197

②② Fecha de presentación de la solicitud: 14.03.2016

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **B22F3/02** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑤⑥ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|--|----------------------------|
| A | MX PA04001040 A (GKN SINTER METALS INC) 27/05/2004, página 13 línea 22- página 15 línea 17; figuras 3A-3G. | 1-7 |
| A | WO 2009124380 A1 (STACKPOLE LTD et al.) 15/10/2009, Resumen WPI; figura 1. | 1-7 |
| A | EP 2636470 A1 (AIDA ENG LTD) 11/09/2013, Resumen WPI figura 1. | 1-7 |
| A | WO 2004002659 A1 (HOEGANAES AB et al.) 08/01/2004, Todo el documento. | 1-7 |
| A | EP 2221131 A1 (SANDVIK INTELLECTUAL PROPERTY) 25/08/2010, Todo el documento. | 1-7 |

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
14.10.2016

Examinador
C. Rodríguez Tornos

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B22F

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 14.10.2016

Declaración

| | | |
|---|----------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1-7 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) | Reivindicaciones 1-7 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

| Documento | Número Publicación o Identificación | Fecha Publicación |
|-----------|---|-------------------|
| D01 | MX PA04001040 A (GKN SINTER METALS INC) | 27.05.2004 |

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

D1 divulga (ver figuras 3a-3g) un dispositivo de compactación de polvos que permite compactar piezas con porosidad gradiente radial formado por: una matriz (170), dos punzones inferiores (175, 180) y un punzón superior (195), de los cuales uno de ellos es el punzón núcleo (180) y otro es un punzón casquillo (175) y un mecanismo de extracción. Según el procedimiento divulgado en D01 se llena de material la primera cavidad, que es la cavidad más exterior, y se compacta con el punzón superior, a continuación se desplaza el punzón central inferior para dejar libre la cavidad central, dicha cavidad central se rellena del material pulvurulento correspondiente, a continuación se compactan ambas capas de material pulvurulento con el punzón núcleo superior; por último se procede a la expulsión de la pieza compactada.

La principal diferencia entre D01 y el objeto técnico de reivindicado radica en que en D01 no se incluye un utillaje de centrado y en que el procedimiento de formación de capas comienza por la capa exterior y no por la central. El efecto técnico de emplear un utillaje de centrado en el dispositivo reivindicado es que permite volver a colocar la/s capa/s sucesivas que han sido extraídas para eliminación de los restos de lubricante, en el dispositivo compactador para la compactación de la siguiente capa. En D01, no se produce una extracción de cada capa formada y eliminación de restos de lubricante, si no que se extrae la pieza final con todas sus capas compactadas, por lo que no es necesario un centrador.

Por tanto a raíz de esta diferencia, el objeto técnico de las reivindicaciones independientes de dispositivo 1 y 4 posee novedad (artículo 6 de la Ley 11/1986 de patentes).

El procedimiento de fabricación de la pieza sinterizada es también diferente como se deduce de lo anteriormente expuesto, por lo que las reivindicaciones de procedimiento 2-3 y 5-7 cumplirían también con el requisito de novedad (artículo 6 de la Ley 11/1986 de patentes).

No se encuentran indicaciones en el estado de la técnica que sugieran al experto en la materia a extraer la pieza en verde formada secuencialmente para eliminar restos de lubricante para luego incorporarla de nuevo al dispositivo de compactación, empleando un dispositivo de centrado, y continuar con la compactación de las sucesivas capas. En consecuencia la invención de procedimiento reivindicada 2-3 y 5-7 así como el dispositivo para llevarlo a cabo 1 y 4 poseen actividad inventiva (artículo 8 de la Ley 11/1986 de patentes).