

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 485**

51 Int. Cl.:

**B22F 3/11** (2006.01)  
**C08K 3/00** (2006.01)  
**C08F 293/00** (2006.01)  
**C08K 7/02** (2006.01)  
**C08L 53/00** (2006.01)  
**C22C 19/05** (2006.01)  
**C08L 67/06** (2006.01)  
**C08L 101/02** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.02.2006 PCT/EP2006/001699**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **31.08.2006 WO06089761**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2006 E 06707242 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2017 EP 1853399**

54 Título: **Un método para fabricar un cuerpo de espuma metálica de poros abiertos**

30 Prioridad:

**28.02.2005 DE 102005010248**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**13.10.2017**

73 Titular/es:

**ALANTUM CORPORATION (50.0%)**  
**5439-1 Sangdaewon-dong Joongwon-gu**  
**Seongnam-city**  
**Gyeonggi-do, KR y**  
**FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR**  
**FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN**  
**FORSCHUNG E.V. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**BÖHM, ALEXANDER;**  
**WALTHER, GUNNAR;**  
**BÜTTNER, TILO;**  
**SABERI, SHADI;**  
**NAUMANN, DIRK y**  
**TIMBERG, LLOYD**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 637 485 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**

Un método para fabricar un cuerpo de espuma metálica de poros abiertos

5 La invención se refiere a un método para fabricar un material o masa de espuma metálica de poros abiertos con una aleación a base de níquel. Puede utilizarse de manera particularmente ventajosa para la separación de componentes específicos, e incluso de contaminantes, de flujos de fluido, tales como flujos de gas, aerosoles, suspensiones o también pulverizaciones. Sin embargo, también existe otra posible aplicación ventajosa para el tratamiento secundario de los gases de escape de motores de combustión interna, en la que, por ejemplo, cabe  
10 realizar de forma ventajosa una separación de las partículas incluidas en dichos gases de escape, así como un tratamiento catalítico secundario.

Así, por una solicitud de patente alemana DE 103 46 281 no publicada, se conoce un método para fabricar componentes con una aleación a base de níquel y los componentes fabricados con la misma. Los componentes que allí se describen también pueden formar un cuerpo de espuma en una opción compuesta por una aleación a base de níquel, al menos en áreas.

Böhm et al. (Preparación y propiedades de espumas a base de NiAl e Inconel, estables a altas temperaturas, Euro PM2004, Materiales PM Ligeros y Porosos) describe una técnica para producir espumas con aleación a base de níquel con diferentes porosidades mediante el uso de métodos metalúrgicos de polvo y sinterización reactiva.

En este caso, el llamado núcleo de sustrato con forma de cuerpo de espuma de poros abiertos puede revestirse con un polvo metálico que comprenda otros elementos de aleación además del níquel, y mediante la aleación del núcleo de sustrato inicial y/o el revestimiento de la superficie compuesto a base de níquel, la aleación puede desarrollarse durante el tratamiento térmico. Con esta solución, pueden mejorarse las propiedades mecánicas en una amplia gama de temperaturas hacia temperaturas más altas. Sin embargo, dichos materiales de espuma metálica de poros abiertos conocidos ofrecen déficits con respecto a su estructura superficial dentro de la disposición de poros abiertos, que tienen un efecto perjudicial sobre la separación/filtración en particular, así como de otro modo.

30 Como resultado, la rugosidad de la superficie que puede obtenerse de manera apropiada en particular, e incluso la superficie específica de las paredes internas de los poros y en las redes son todavía demasiado bajas para, por ejemplo, ser capaces de conseguir el alto grado de separación deseado.

Con el fin de contrarrestar esta desventaja, depositar un adecuado revestimiento superficial de manera apropiada sería un modo concebible en el que esto sea entonces posible a través de los llamados métodos CVD. Como resultado, sin embargo, los costes y esfuerzo tecnológico en particular están aumentando considerablemente, debido a la ingeniería industrial y la potencia que para ello se requiere. Además, ni siquiera el uso de tales métodos puede asegurar la obtención de un revestimiento uniformemente depositado dentro del volumen global de poros abiertos.

40 Además, en DE 101 50 948 C1 se describe una solución en la que el material poroso sinterizado está diseñado para tener una superficie específica ampliada. Para ello, se forman fases intermetálicas o soluciones sólidas en la superficie. Sin embargo, tales superficies con soluciones sólidas o fases intermetálicas tienen un efecto perjudicial sobre propiedades mecánicas específicas, de tal manera que la aplicación sólo es posible de forma limitada, en particular cuando están influenciadas por cargas mecánicas y/o térmicas alternas, en su caso, y con medidas específicas adicionales que a su vez aumentan aún más el coste.

En particular, la fragilidad tiene un efecto perjudicial en el uso de sistemas para el tratamiento secundario de los gases de escape de los motores de combustión interna y pueden producirse desprendimientos que llevan a la destrucción.

50 Como resultado, el objeto de la invención es proporcionar materiales de espuma metálica de poros abiertos que también tengan una superficie específica ampliada y/o una rugosidad superficial aumentada, además de las propiedades mecánicas mejoradas.

55 De acuerdo con la invención, esto se resuelve con un método que comprende las características de la reivindicación 1. Se pueden conseguir ventajosos desarrollos y mejoras con las características señaladas en las respectivas reivindicaciones subordinadas.

60 Con el método de acuerdo con la invención, para fabricar un cuerpo de espuma metálica de poros abiertos con una aleación a base de níquel, se procede en gran parte de una manera análoga a la descrita en DE 103 46 281 (sin publicación previa).

65 Por lo tanto, se utiliza un cuerpo de espuma base de poros abiertos hecho de níquel o una aleación a base de níquel. Después, su superficie es revestida con un agente ligante líquido, preferiblemente con un agente ligante orgánico. Tras ello, una mezcla preparada con una aleación a base de níquel en polvo y un componente orgánico se

deposita sobre las superficies del cuerpo de espuma base revestido con el agente ligante líquido. Dicha mezcla preparada con aleación a base de níquel en polvo y un componente orgánico contiene al menos 0,05 por ciento en peso del componente orgánico.

5 Después, el respectivo componente orgánico se selecciona de modo que su temperatura de transición de fase sea al menos de 30° C, por lo que la transición de su fase sólida a su fase líquida no tiene lugar por debajo de la temperatura de transición de fase, por tanto al menos no antes de alcanzar los 30° C.

10 A los efectos de asegurar que la mezcla que va a depositarse sea completamente realizada en una fase sólida sobre una superficie previamente revestida con el ligante líquido, al depositar la mezcla la temperatura debe estar por debajo de la respectiva temperatura de transición de fase.

15 Después de depositar esta mezcla se realiza un tratamiento térmico. En este caso, el agente ligante, al menos las partes orgánicas del mismo, y el componente orgánico son expulsados. Durante el respectivo aumento de la temperatura, se sinteriza una parte de las partículas de polvo de la aleación a base de níquel en polvo usada previamente, y otra parte de las partículas de polvo es, en la medida de lo posible, conectada sin cambios con la superficie del cuerpo de espuma base, en una forma apta para el material, teniendo lugar cada conexión apta para el material con la superficie, al menos a través de un puente de sinterización de una partícula. En la medida de lo posible, tales partículas conectadas de forma apta para el material permanecen sin cambios en su forma después del tratamiento térmico, en las que el comienzo de sinterización ligera de dichas partículas va a ser permitida.

20 Estas partículas individuales de la aleación a base de níquel que están conectadas de forma apta para el material también pueden ser también visualmente detectadas en el cuerpo de espuma metálica de poros abiertos completamente fabricado, en donde se permite que dichas partículas que están conectadas de forma apta para el material se sitúen en las superficies internas de los poros, así como en las redes que forman una estructura de soporte para el cuerpo de espuma metálica.

25 Por consiguiente, los materiales de espuma metálica de poros abiertos, fabricados de acuerdo con la invención, muestran en sus superficies una rugosidad especialmente aumentada, así como una superficie específica aumentada en contraste con el cuerpo de espuma base usado, lo que no era fácil de realizar con los materiales de espuma de base de poros abiertos hechos de níquel o una aleación de níquel, según lo determinado por fabricación.

30 La mezcla utilizada para la fabricación y los parámetros durante el tratamiento térmico también deben garantizar que al menos 20% de las partículas que han sido conectadas de forma apta para el material sobre la superficie del cuerpo de espuma base, mantengan su forma de partícula.

35 La parafina y ceras ha resultado ser componentes orgánicos adecuados. Deben mencionarse las ceras de amida micronizadas como las particularmente preferidas.

40 Con todo, en la mezcla que se va a usar de acuerdo con la invención también cabe emplear una mezcla de sustancias como un componente orgánico, en donde también se permite entonces que las sustancias utilizadas tengan diferentes temperaturas de transición de fase, si bien siempre deben ser superiores a 30° C. Por consiguiente, la mezcla puede estar constituida por una aleación a base de níquel en polvo, y por una primera y al menos otra sustancia de carácter orgánico.

45 Una aleación a base de níquel que vaya a ser empleada de acuerdo con la invención debería tener otros elementos de aleación además del níquel, que son seleccionados entre el carbono, cromo, molibdeno, hierro, cobalto, niobio, titanio, aluminio, boro, circonio, manganeso, silicio y lantano.

50 En el caso de que ya se haya utilizado, como cuerpo de espuma base, una aleación a base de níquel, la aleación a base de polvo utilizada para la mezcla debe tener una parte de níquel menor que la parte de níquel del respectivo cuerpo de espuma base. Como resultado, en particular con la parte sinterizada de la aleación a base de polvo, se puede conseguir el inicio de sinterización al menos en la superficie del cuerpo de espuma base.

55 En una aleación a base de níquel en polvo utilizada para la fabricación de materiales de espuma metálica de acuerdo con la invención, debe incluirse el cromo en un porcentaje de al menos 15% en peso, preferiblemente de al menos 18% en peso.

60 La parte del componente orgánico que se ha de incluir en la mezcla, además de la aleación a base de níquel en polvo, debe ser al menos de aproximadamente 0,05% en peso.

65 Durante el tratamiento térmico, y en particular en el intervalo de alta temperatura para la ya mencionada sinterización de una parte de las partículas de polvo, y el desarrollo de conexiones de forma apta para el material de otra parte de las partículas de polvo, se ha de mantener una temperatura máxima dentro del intervalo de 1200 y 1250° C, preferiblemente entre 1220 y 1250° C, y después debe procederse en una atmósfera inerte o reductora.

En este caso, los parámetros pueden ser influenciados de tal manera que las partes de las partículas que están completamente sinterizadas o conectadas de forma apta para el material varíen. Esto puede llevarse hasta el punto de que solo aumente la rugosidad de la superficie o la superficie específica en un cuerpo de espuma metálica.

5 Además, es ventajoso si se utiliza una aleación a base de níquel en polvo, en la que las partículas individuales están en torno a un espectro de tamaños de partículas dentro de un intervalo de 20 a 35  $\mu\text{m}$ . En este caso, el tamaño máximo de la partícula no debe exceder de 60  $\mu\text{m}$ . Como resultado, también se puede permitir influir ventajosamente en que solo una parte de las partículas de la aleación a base de níquel en polvo pueda sinterizarse completamente y otra parte que puede contribuir al aumento de la rugosidad de la superficie y al aumento de la superficie específica están meramente conectados en forma de partículas de manera apta para el material con las superficies del cuerpo de espuma base utilizado, manteniendo esta última sustancialmente su forma de partícula inicial, salvo por la formación evitable de los puentes de sinterización. Durante el tratamiento térmico cabe operar a unas velocidades de calentamiento y enfriamiento de 10 K/min.

15 Un cuerpo de espuma metálica de acuerdo con la invención mantiene una porosidad suficientemente alta aunque se haya producido una aplicación adicional de material, y mantiene sus poros abiertos como siempre. Así, por ejemplo, la porosidad de un cuerpo de espuma base hecho de níquel o una aleación a base de níquel, que usualmente se encuentra en torno a un intervalo de entre 90 y 96%, es simplemente reducida a una porosidad en un intervalo de entre 75 y 90%, reducido por tanto en 15% como máximo, teniendo la porosidad reducida sólo un efecto muy ligeramente desventajoso sobre los resultados deseados; sin embargo, el aumento de la rugosidad de la superficie y el aumento de la superficie específica tienen un significativo efecto ventajoso sobre los mismos.

25 Posteriormente, cabe proporcionar un revestimiento adicional sobre un cuerpo de espuma metálica de acuerdo con la invención, lo que, por ejemplo, es ventajoso para el uso en sistemas de gases de escape. En este caso, también se puede recurrir a los materiales de revestimiento convencionales que sean adecuados para estas aplicaciones.

A continuación se explicará con más detalle la invención a modo de ejemplo, en la que la Fig. 1 muestra un registro SEM de una parte de la estructura de poros abiertos sobre un cuerpo de espuma metálica de acuerdo con la invención.

30 La fabricación de un cuerpo de espuma metálica de acuerdo con la invención, con su rugosidad superficial y su superficie específica aumentadas puede tener lugar de tal manera que un cuerpo de espuma base hecho de níquel con una porosidad de 94% es sumergido en una solución acuosa de 1% de polivinilpirrolidona, con un volumen de 50 ml. Tras la inmersión, se exprime sobre una almohadilla absorbente. Por ello, el agente ligante puede ser eliminado de las cavidades de los poros de manera que las redes y las superficies internas de los poros solo se humedezcan.

40 El cuerpo de espuma base así preparado, y con una dimensión de 300 mm x 150 mm x 1,9 mm se fijó en un dispositivo vibratorio y espolvoreó con una mezcla en polvo. Por medio de la vibración pudo lograrse una distribución uniforme del polvo sobre las superficies del cuerpo de espuma base humedecido con el agente ligante. Al mismo tiempo, se mantuvo la porosidad abierta del cuerpo de espuma base. En la mezcla se incluyó una aleación base de níquel en polvo con la siguiente composición: 0,1% en peso de carbono, 22,4 % en peso de cromo, 10 % en peso de molibdeno, 4,8% en peso de hierro, 0,3% en peso de cobalto, 3,8% en peso de niobio, 58,6% en peso de níquel, comercialmente disponible bajo el nombre comercial "Inconel 625".

45 Adicionalmente, se incluyó una cera de amida micronizada en polvo con un tamaño medio de partícula de 30  $\mu\text{m}$  como un componente orgánico que representa 2% por ciento del peso de la mezcla.

50 La cera de amida micronizada (etileno distearamida, en el principal  $\text{C}_{38}\text{H}_{76}\text{N}_2\text{O}_2$ ) fue utilizada como polvo con un tamaño medio por partícula de 30  $\mu\text{m}$ . La temperatura de fusión de esta cera amida micronizada se halla en el intervalo de temperaturas de entre 140 y 145° C.

55 La cera de amida y la aleación a base de níquel en polvo se mezclaron conjuntamente en un mezclador tubular durante un intervalo de tiempo de 10 minutos, a una velocidad de 50 revoluciones por minuto, y después la mezcla así obtenida se depositó sobre las superficies del cuerpo de espuma base humedecido con el agente ligante líquido.

El cuerpo de espuma base así preparado y revestido puede todavía ser deformado, si es necesario, debiendo tenerse en cuenta los específicos radios de flexión mínimos.

60 Durante un tratamiento térmico posterior con una velocidad de calentamiento de 10 K/min, los componentes orgánicos del agente ligante y el componente orgánico fueron expulsados comenzando a temperaturas de unos 300° C. La expulsión de los componentes orgánicos se completó a una temperatura de aproximadamente 600° C.

65 Tras un aumento adicional de la temperatura hasta el intervalo de temperaturas de entre 1220 y 1250°C, mientras el tiempo de retención se mantiene en aproximadamente 30 minutos, se sinterizó una parte de las partículas de la aleación a base de níquel en polvo, y se fijó otra parte de las partículas de esta aleación a base de níquel de forma

apta para el material por medio de al menos un puente de sinterización, cada uno sobre la superficie del cuerpo de espuma base, en donde las partículas conectadas de forma apta para el material podían fijarse sobre las redes, así como sobre la superficie interna de los poros.

- 5 Para la aleación a base de níquel en polvo se utilizó un polvo que tenía un tamaño medio de partículas de 30  $\mu\text{m}$  incluyéndose también partículas con un mayor y menor tamaño de partícula.

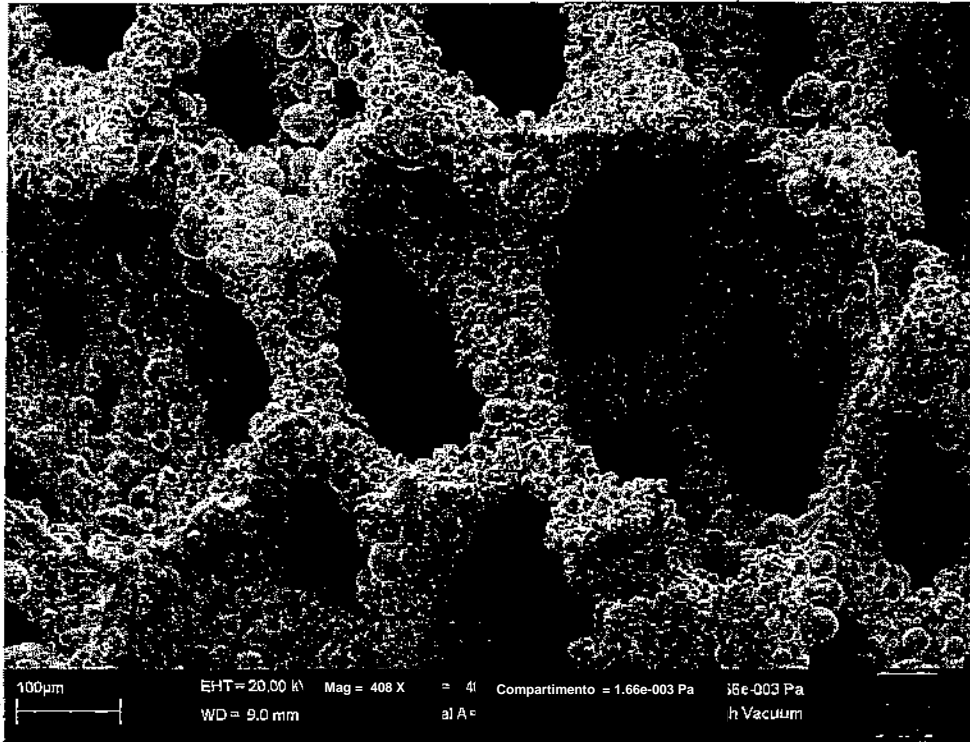
10 La cera de amida adicionalmente incluida en la mezcla como un componente orgánico se hallaba en forma sólida, al menos hasta que la mezcla se aplicó sobre la superficie del cuerpo de espuma base en una forma de polvo finamente extendida, ya que la temperatura de transición de fase de la cera de amida está muy por encima de 30° C.

15 El cuerpo de espuma metálica completamente fabricado presenta una porosidad del 92%, su rugosidad superficial es considerablemente la incrementada, como se puede apreciar claramente en Figura 1, y la superficie específica dentro de la estructura de poros abiertos del cuerpo de espuma metálica también puede aumentarse, a diferencia de lo que ocurre en el cuerpo de espuma base.

Sin embargo, en lugar de usar un cuerpo de espuma base hecho de níquel, también podría usarse en un cuerpo de espuma de base hecho de una aleación a base de níquel.

REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar un cuerpo de espuma metálica de poros abiertos con una aleación a base de níquel;
- 5 en el que un cuerpo de espuma base de poros abiertos hecho de níquel o una aleación a base de níquel es revestido con un agente ligante líquido;
- 10 tras ello, una mezcla de una aleación a base de níquel en polvo y un componente orgánico, cuya temperatura de transición de fase, desde su fase sólida hasta la fase líquida, es de por lo menos 30° C, es depositada a una temperatura inferior a la respectiva temperatura de transición de fase sobre la superficie de dicho cuerpo de espuma base revestida con dicho agente ligante; y
- 15 por medio de un tratamiento térmico se expulsan el referido agente ligante y dicho componente orgánico y se sinteriza una parte de las partículas en polvo mientras otra parte de dichas partículas de polvo es conectada de forma apta para el material a la superficie de dicho cuerpo de espuma base mediante puentes de sinterización;
- en el que se usa una mezcla en la que el componente orgánico representa al menos 0,05 por ciento en peso de la mezcla.
2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** al menos el 20% de las partículas de la aleación a base de níquel en polvo usada son conectadas de forma apta para el material.
- 20 3. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** se usa un polvo de parafina o un polvo de cera como dicho componente orgánico.
- 25 4. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** dicho componente orgánico se usa en forma de una mezcla de sustancias.
- 30 5. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** se usan las aleaciones a base de níquel que tienen otros elementos de aleación seleccionados entre carbono, cromo, molibdeno, hierro, cobalto, niobio, titanio, aluminio, boro, circonio, manganeso, silicio y lantano.
- 35 6. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la parte de níquel de dicha aleación a base de polvo es menor que la parte de níquel de dicho cuerpo de espuma base de una aleación a base de níquel.
- 40 7. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** se utiliza una aleación a base de níquel en polvo en la que dicho cromo está incluido en una parte que representa al menos 15 por ciento del peso.
- 45 8. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la sinterización y desarrollo de conexiones de forma apta para el material de dichas partículas de polvo se realizan a temperaturas dentro del intervalo de entre 1200 y 1250° C, y en una atmósfera inerte o reductora.
9. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** se utiliza una aleación a base de níquel en polvo cuyo tamaño de partícula es < 60 µm, en el que el tamaño medio de la partícula está en el intervalo de 20 a 35 µm.



*Fig. 1*