

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 657 311**

51 Int. Cl.:

B23K 35/02 (2006.01)
C04B 37/02 (2006.01)
B23K 103/14 (2006.01)
B23K 103/00 (2006.01)
B23K 103/18 (2006.01)
B23K 35/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.05.2002 PCT/US2002/18524**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2002 WO02102589**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.05.2002 E 02739835 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.11.2017 EP 1404517**

54 Título: **Método de aplicación y fabricación para una junta de material cerámico de zirconia y aleación metálica de titanio**

30 Prioridad:

18.06.2001 US 299376 P
06.10.2001 US 972280

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.03.2018

73 Titular/es:

**THE ALFRED E. MANN FOUNDATION FOR
SCIENTIFIC RESEARCH (100.0%)
P.O. Box 905
Santa Clarita, CA 91380-9005, US**

72 Inventor/es:

**FEY, KATE, E. y
JIANG, GUANGQIANG**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 657 311 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

Método de aplicación y fabricación para una junta de material cerámico de zirconia y aleación metálica de titanio

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un método para producir una unión herméticamente sellada de un material cerámico a un metal para implantes en tejido vivo.

10 **Antecedentes de la invención**

Métodos conocidos de unión de un material cerámico a un metal implican el uso de materiales de intercalación que se funden a la temperatura de unión, tal como una soldadura fuerte, o que suponen procesos de revestimiento especiales para la superficies de los materiales que se van a unir, tales como un revestimiento previo de las superficies con un material de activación. En algunos métodos de unión, se usa un material de intercalación que tiene una composición que se aproxima a la composición de la superficie de unión del metal inicial, tal como el divulgado por Lasater (patente en Estados Unidos n.º 6 221 513 B1). Lasater describe un método para formar una unión herméticamente sellada para su uso en dispositivos médicos implantables. Hill (patente en Estados Unidos n.º 3 594 895) describió otro planteamiento para formar una junta entre un material cerámico y un metal.

Cusano (patente en Estados Unidos n.º 3 994 430) divulgó un método para unir directamente un metal a sustratos cerámicos en el que se disponía una capa muy fina de un material de intercalación entre el metal y el material cerámico que se iban a unir. El sistema se calienta en atmósfera inerte a una temperatura entre la temperatura eutéctica del material de intercalación y el punto de fusión del metal. Cusano se centró en la unión de cobre a un sustrato cerámico, tal como alúmina o berilia.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona un ensamblado de componentes de acuerdo con la reivindicación 1 y un método de acuerdo con la reivindicación 5.

En una realización, un material de intercalación muy fino con un espesor de aproximadamente 25,4 µm (5,00 pulgadas) o inferior, de composición específica, níquel puro o una aleación de níquel, que contiene un dos por ciento o menos en peso y un método de aleación, se coloca entre las superficies de las piezas que se van a unir, siendo las piezas de zirconia estabilizada con itrio y una aleación de titanio. El ensamblado, con las superficies mantenidas unidas a una presión suficiente para crear un contacto íntimo entre las piezas, se calienta a la temperatura de unión, entre aproximadamente 942 °C y 982 °C (entre 1728 °F y 1800 °F), en el que el material de intercalación y la superficie metálica intercambian átomos en un proceso de difusión en estado sólido que implica un cambio de volumen pequeño o nulo. La junta se solidifica isotérmicamente en un corto periodo de tiempo, del orden de aproximadamente 5 minutos, dependiendo de la temperatura, la presión de unión y la configuración exactas. La unión inicial se fortalece con tiempo adicional a temperatura o con tratamiento térmico posterior, y se desarrolla completamente en aproximadamente 15 minutos o menos a temperatura.

La temperatura de unión es inferior al punto de fusión de cualquiera de los materiales que se van a unir y es aproximadamente igual o ligeramente superior a la temperatura del eutéctico formado entre el material de intercalación y la pieza metálica.

La presente invención elimina problemas de las invenciones anteriores. Por ejemplo, debido a que no hay fusión del material de intercalación, no hay o hay muy poco flujo del material de intercalación fuera de la junta en forma de "rebaba". En métodos conocidos, la rebaba se debe eliminar en un proceso posterior a la unión. Asimismo, la rebaba se une frecuentemente al soporte del horno durante el procesado térmico, dificultando la retirada de la pieza terminada. La presente invención se basa en la unión y difusión en estado sólido y no implica la fusión del material de intercalación *per se*, permitiendo de este modo que se mantengan las dimensiones originales previas a la unión durante el proceso de unión.

El proceso de unión tiene lugar en una atmósfera no reactiva, tal como al vacío o en un gas inerte tal como argón, mientras las piezas metálica y cerámica que se están uniendo se mantienen unidas con una presión que es suficiente para mantener el contacto íntimo de las piezas.

El ensamblado de componentes resultante que comprende el metal, el material cerámico y la unión metal-material cerámico es biocompatible con el tejido vivo cuando se implanta en un cuerpo animal. El ensamblado de componentes resiste la corrosión electrolytica y la corrosión intersticial.

El ensamblado de componentes unidos se puede someter a un ataque ácido para eliminar cualquier cantidad de níquel o sales de níquel que siguen siendo una parte del ensamblado de componentes, aunque el níquel por lo general está completamente unido como parte integral del ensamblado de componentes acabado. El níquel y las

sales de níquel son nocivos para el tejido vivo.

Estos y otros aspectos, características y ventajas de la presente invención se comprenderán mejor con referencia a los dibujos, descripción y reivindicaciones siguientes.

5

Objeto de la invención

Es un objetivo de la invención proporcionar un ensamblado de componentes que tiene una fuerte unión entre una pieza cerámica y una pieza metálica que es biocompatible y que resiste la corrosión electrolítica cuando se implanta en un tejido vivo, en el que la pieza metálica es una aleación de titanio y la pieza cerámica es una zirconia estabilizada con itrio.

10

Es un objetivo de la invención proporcionar una fuerte unión entre una zirconia estabilizada con itrio y una aleación de titanio.

15

Es un objetivo de la invención proporcionar una junta hermética entre una zirconia estabilizada con itrio y una aleación de titanio.

Es un objetivo de la invención proporcionar un método de unión de un material cerámico a un metal para implantes en tejido vivo, en el que la pieza metálica es una aleación de titanio y la pieza cerámica es una zirconia estabilizada con itrio.

20

Es un objetivo de la invención proporcionar un método de unión de un material cerámico a un metal en el que no hay cambio dimensional en la junta durante el desarrollo térmico de la unión, en el que la pieza metálica es una aleación de titanio y la pieza cerámica es una zirconia estabilizada con itrio.

25

Es un objetivo de la invención proporcionar un método de unión de un material cerámico a un metal en el que no hay flujo del material de intercalación de unión desde la junta durante el procesado térmico de la unión, en el que la pieza metálica es una aleación de titanio y la pieza cerámica es una zirconia estabilizada con itrio.

30

Breve descripción de las figuras

La FIG. 1 ilustra la vista lateral del ensamblado de componentes con el material de intercalación en forma de hoja fina entre las piezas metálica y cerámica.

35

La FIG. 2 muestra esquemáticamente las etapas de unión de la presente invención.

Descripción detallada de la realización preferente

La FIG. 1 muestra el ensamblado de componentes 2 que tiene una pieza metálica 4, una pieza cerámica 6, y un material de intercalación 8. El ensamblado de componentes 2 se calienta a una temperatura de proceso específica, que está por debajo del punto de fusión de la pieza metálica 4, durante un periodo de tiempo específico, a una presión generada mediante la fuerza 10 y que se ejerce para situar el material de intercalación 8 en contacto íntimo con las piezas metálica y cerámica.

40

El material de intercalación 8 es una hoja fina que tiene un espesor inferior a 25,4 μm (una centésima de pulgada). El material de intercalación 8 es compatible con el material cerámico seleccionado para la pieza cerámica 6 en cuanto que humedece la superficie durante el proceso de unión y entra en un proceso de difusión con la pieza cerámica 6 creando de este modo una junta de fuerte unión durante el procesado. El material de intercalación 8 también es compatible con el metal seleccionado para la pieza metálica 4. El material de intercalación 8 forma una unión con la pieza metálica 4 gracias al desarrollo de una aleación eutéctica a la presión y temperatura de unión usadas durante el procesado. La aleación eutéctica formada durante el procesado está compuesta principalmente por el material seleccionado para la pieza metálica 4. El material de intercalación es níquel o níquel que contiene un dos por ciento o menos en peso de metales de aleación. En una realización preferente, el material de intercalación 8 es una hoja fina de níquel comercialmente puro que tiene al menos un 99,0 % de níquel y menos de un 1,0 % de otros elementos con un espesor de aproximadamente 17,8 μm (0,0007 pulgadas).

45

50

55

La pieza metálica 4 es una aleación de titanio biocompatible, y es Ti-6 Al-4 V en una realización preferente. La pieza cerámica 6 es zirconia estabilizada con itrio. En realizaciones alternativas, en lugar de usar un material de intercalación 8 en forma de hoja fina, el material de intercalación 8 puede ser un revestimiento fino que se aplica a la superficie de la pieza metálica 4 o de la pieza cerámica 6 que se van a unir mediante cualquiera de varios procesos químicos tales como un metalizado químico y un metalizado electrolítico, o mediante cualquiera de varios procesos térmicos tales como una pulverización iónica, evaporación o deposición asistida mediante haz de iones. El material de intercalación 8 se puede aplicar también como revestimiento fino de perlas metálicas o polvo metálico.

60

Las etapas de proceso que se emplean para crear el ensamblado 2 con una fuerte unión entre la pieza metálica 4 y la pieza cerámica 6 se representan esquemáticamente en la FIG. 2. En primer lugar, las superficies que se van a

65

unir se preparan en la etapa 20 mediante mecanizado a fin de asegurar que se adaptarán íntimamente entre sí durante la unión. Las superficies se pulen y se limpian.

5 En la etapa 22, el ensamblado de componentes 2 se prepara con un material de intercalación 8 entre la pieza metálica 4 y la pieza cerámica 6. En la etapa 24, se aplica una fuerza 10 para comprimir el material de intercalación 8 entre la pieza metálica 4 y la pieza cerámica 6. La fuerza 10 es suficiente para crear un contacto íntimo entre las piezas. La fuerza 10 se aplica para asegurar que se forma un enlace homogéneo entre la pieza metálica 4 y la pieza cerámica 6, creando así una junta hermética entre las dos piezas.

10 En la etapa 26 el ensamblado que se ha de procesar térmicamente se coloca en un horno en una atmósfera no reactiva, que es preferentemente vacío, si bien puede ser argón en una realización alternativa. Se aplica un vacío antes de calentar el horno a la temperatura de procesado en la etapa 28. Se puede usar una temperatura de mantenimiento preliminar para permitir que la masa térmica de las piezas alcance el equilibrio antes de proceder con el calentamiento. La temperatura del proceso es inferior al punto de fusión de la pieza metálica 4, aunque superior a la temperatura del eutéctico formado entre el metal 4 y el material de intercalación 8. En una realización preferente, el vacío es de $1,33 \times 10^{-4}$ pascales a $1,33 \times 10^{-5}$ pascales (de 10^{-6} a 10^{-7} torr), a fin de asegurar que el material de intercalación 8 y la pieza metálica 4 no se oxiden. El ensamblado de componentes 2 se mantiene a la temperatura seleccionada, que está normalmente entre aproximadamente 942 °C y 982 °C (1728 °F y 1800 °F), durante un periodo de aproximadamente 5 a 20 minutos, mientras se continúa ejerciendo la fuerza 10 sobre el material de intercalación 8. El tiempo, la temperatura y la presión exactos son variables entre sí de modo que se obtenga una unión fuerte y homogénea de la pieza metálica 4 con la pieza cerámica 6. Por ejemplo, en una realización preferente, una pieza de zirconia estabilizada con itrio se une a una pieza de Ti-6 Al-4 V en un vacío de $1,33 \times 10^{-4}$ pascales (10^{-6} torr) a aproximadamente 982 °C (1800 °F) durante 10 minutos a una presión de aproximadamente $0,34 \cdot 10^5$ Pa a $1,38 \cdot 10^5$ Pa (0,34 bar a 1,38 bar (5 a 20 psi)) sobre una hoja fina de níquel comercialmente puro con un espesor de aproximadamente $0,34 \cdot 10^5$ Pa a $1,38 \cdot 10^5$ Pa (0,34 bar a 1,38 bar) (0,0007 pulgadas).

30 El horno se enfría y el ensamblado de componentes 2 se enfría hasta temperatura ambiente en la etapa 30. En la etapa opcional 32, el ensamblado de componentes 2 se limpia colocándolo en un baño, una vez finalizado el procesado térmico, a fin de asegurar la eliminación de todo el níquel y las sales de níquel. Este baño es preferentemente un baño ácido que ataca las superficies expuestas del ensamblado de componentes 2. En una realización preferente, el baño es ácido nítrico. La eliminación del níquel y las sales de níquel en el ataque químico del baño asegura que el ensamblado de componentes 2 sea biocompatible. El níquel y las sales de níquel son nocivos para el tejido animal vivo. En una realización preferente, sin embargo, todo el níquel que se introduce como material de intercalación 8 se combina con el titanio y queda unido para no estar disponible como níquel libre o como una sal de níquel.

40 El ensamblado de componentes 2 es biocompatible tras la unión y el procesado. La pieza metálica 4, la pieza cerámica 6 y el material de intercalación 8 se seleccionan de modo que sean biocompatibles con el medio en un cuerpo vivo. La pieza metálica 4 es una aleación de titanio y la pieza cerámica 6 es una zirconia estabilizada con itrio.

45 En una realización preferente, el ensamblado de componentes 2 es un sensor eléctrico o un estimulador eléctrico que se implanta en un cuerpo humano, si bien se podría implantar igualmente en cualquier animal. Debe sobrevivir durante largos periodos de tiempo en un medio hostil de un cuerpo vivo, que es básicamente una solución salina caliente. En una realización preferente, un ensamblado de componentes 2 es un sensor o un estimulador constituido por un tubo cerámico hueco que contiene diversos componentes electrónicos que están unidos a un extremo del electrodo metálico. El ensamblado de componentes debe ser estanco al agua; por tanto, la unión es hermética, resistente a la penetración de agua salada así como al crecimiento de tejido vivo en la junta de unión metal-material cerámico.

50 Asimismo, el ensamblado de componentes 2 no sufre corrosión cuando está implantado en el cuerpo. Los materiales se seleccionan de modo que tras la unión no sean susceptibles a la corrosión ni individualmente ni en el estado unido. El ensamblado de componentes 2 resiste la corrosión electrolítica al igual que la corrosión intersticial, debido a los materiales seleccionados para el ensamblado de componentes 2.

55

REIVINDICACIONES

1. Un ensamblado de componentes (2) para la producción de un ensamblado de componentes unidos para implantes en tejido vivo, comprendiendo el ensamblado de componentes:
- 5 una pieza cerámica de zirconia estabilizada con itrio (6),
una pieza metálica de aleación de titanio (4),
un material de intercalación de níquel (8) para unir en estado sólido dicha pieza cerámica a dicha pieza metálica,
10 consistiendo dicho material de intercalación en níquel o níquel que contiene un dos por ciento o menos en peso de metales de aleación y estando situado entre dicha pieza cerámica y dicha pieza metálica y en contacto con las mismas,
en donde dicho material de intercalación es adecuado para reaccionar con dicha pieza cerámica y dicha pieza metálica y formar una unión eutéctica entre las mismas.
- 15 2. El ensamblado de componentes de la reivindicación 1 en el que:
- dicho material de intercalación es una hoja fina de níquel que tiene un espesor de 25,4 μm (0,001 pulgadas) o inferior y dicha pieza metálica es adecuada para ser unida a dicha pieza cerámica mediante calentamiento de dicho ensamblado de componentes a una temperatura que es inferior al punto de fusión de dicha pieza metálica
20 o de dicho material de intercalación, pero superior o igual al punto de fusión del eutéctico.
3. El ensamblado de componentes de la reivindicación 1 en el que dicho material de intercalación es un revestimiento fino, de aproximadamente 25,4 μm (0,001 pulgadas) o inferior, de níquel que está aplicado a las superficies que se van a unir de dicha pieza metálica o de dicha pieza cerámica mediante un proceso químico
25 seleccionado entre el grupo que consiste en metalizado químico y metalizado electrolítico, o mediante un proceso térmico seleccionado entre el grupo que consiste en pulverización iónica, evaporación o deposición asistida mediante haz de iones.
4. El ensamblado de componentes de la reivindicación 1 en el que dicho material de intercalación está aplicado en forma de un revestimiento fino, de aproximadamente 25,4 μm (0,001 pulgadas) o inferior, de perlas metálicas o polvo metálico.
30
5. Un método para sellar herméticamente un ensamblado de componentes cerámico y metálico para implantes en tejido vivo, que comprende las etapas de:
- 35 seleccionar una pieza cerámica de zirconia estabilizada con itrio (6);
seleccionar una pieza metálica de aleación de titanio (4)
seleccionar un material de intercalación de níquel (8) que es compatible con dicha pieza cerámica, consistiendo dicho material de intercalación en níquel o níquel que contiene un dos por ciento o menos en peso de metales de
40 aleación, y siendo uno que forma una aleación eutéctica con dicha pieza metálica, consistiendo dicha aleación eutéctica principalmente en el metal de dicha pieza metálica y teniendo una temperatura del punto de fusión eutéctico que es inferior a los respectivos puntos de fusión de dicho metal o de dicho material de intercalación puro;
situar dicho material de intercalación entre dicha pieza cerámica y dicha pieza metálica;
45 aplicar una fuerza a dicha pieza cerámica y a dicha pieza metálica para someter dicho material de intercalación puro a una compresión, creando de este modo un contacto íntimo entre dicha pieza cerámica, dicha pieza metálica y dicho material de intercalación de modo que se forme un ensamblado;
colocar dicho ensamblado en una atmósfera no reactiva;
calentar dicho ensamblado a una temperatura de unión superior o igual a dicho punto de fusión eutéctico; y
50 mantener el ensamblado a dicha temperatura de unión durante un tiempo predeterminado para formar una unión entre dicha pieza cerámica y dicha pieza metálica mediante una unión en estado sólido, estando dicha temperatura de unión entre a 942 °C (1728 °F) y 982 °C (1800 °F).
6. El método de la reivindicación 5 en el que dicha fuerza crea una compresión entre 0,14 bares (2 psi) y 34,5 bares (500 psi).
55
7. El método de la reivindicación 5 en el que dicha fuerza crea una compresión entre 0,14 bares (2 psi) y 0,48 bares (7 psi).
- 60 8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que dicho material de intercalación es una hoja fina con un espesor de aproximadamente 25,4 μm (0,001 pulgadas) o inferior.
9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que dicho material de intercalación se aplica químicamente.
65
10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que dicho material de intercalación se aplica

térmicamente.

- 5 11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que dicho material de intercalación está en forma de perlas metálicas.
12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que dicho material de intercalación está en forma de polvo metálico.
- 10 13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 12, en el que dicha atmósfera no reactiva es un vacío de entre $1,33 \times 10^{-4}$ pascales (10^{-6} torr) y $1,33 \times 10^{-5}$ pascales (10^{-7} torr).
14. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13 en el que dicho tiempo predeterminado está entre 5 minutos y 20 minutos.
- 15 15. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 14 que comprende adicionalmente la etapa de limpieza de dicho ensamblado tras la unión para eliminar materiales tóxicos que son nocivos para el tejido vivo.
16. El método de la reivindicación 15, en el que dicha etapa de limpieza de dicho ensamblado tras la unión comprende colocar dicho ensamblado en un baño de ácido.
- 20 17. El método de las reivindicaciones 15 o 16, en el que dichos materiales tóxicos son níquel y sales de níquel.

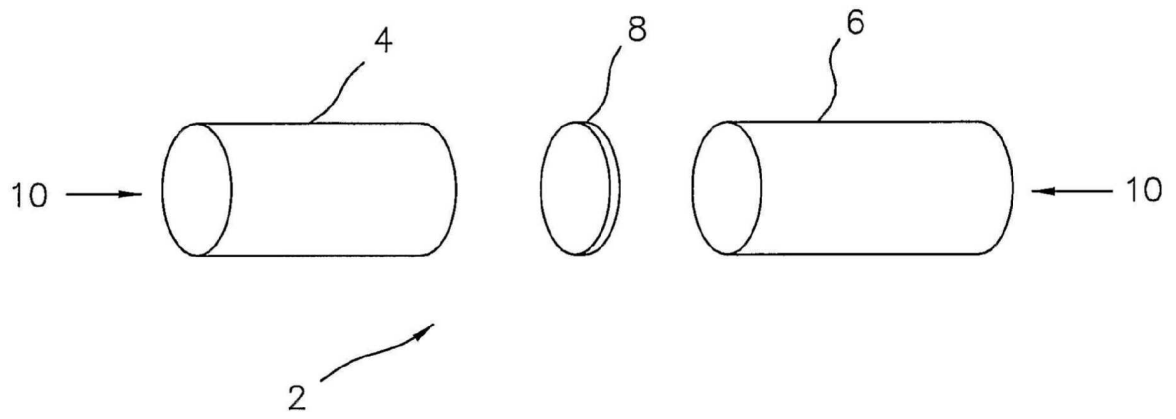


FIG. 1

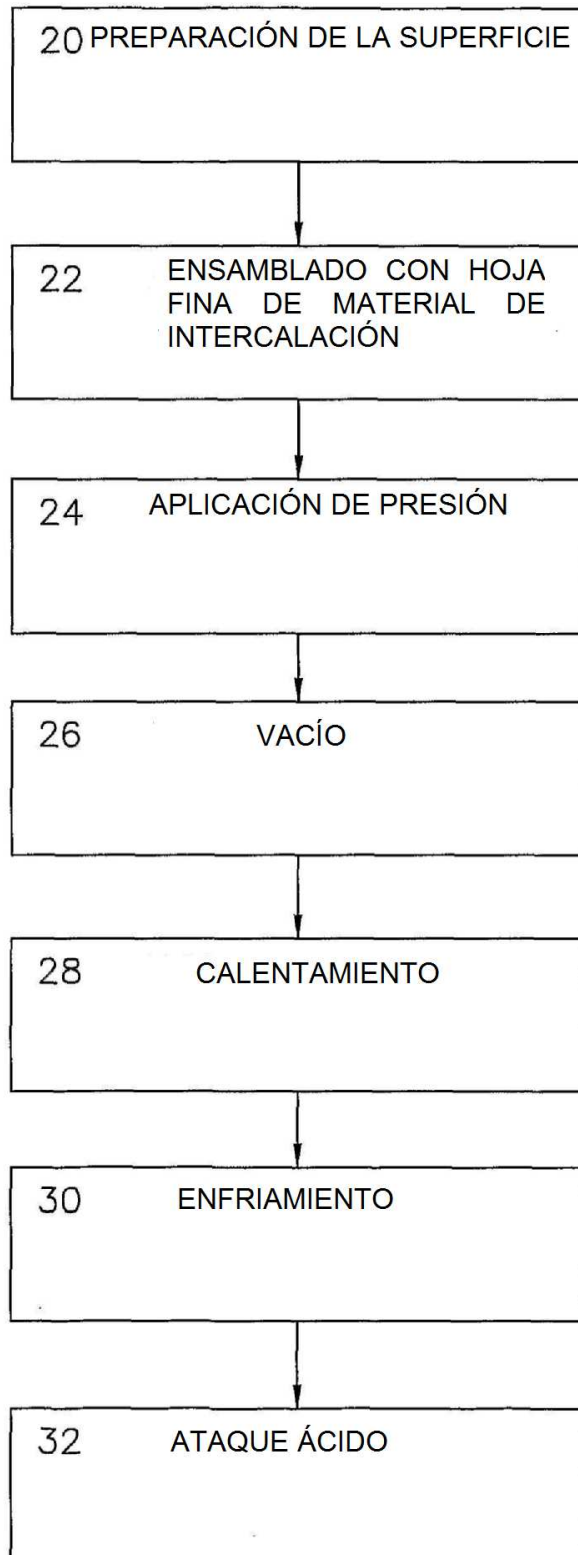


FIG. 2