

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 682 921**

51 Int. Cl.:

F04B 13/00	(2006.01) A61M 5/142	(2006.01)
F04B 53/14	(2006.01) A61M 5/145	(2006.01)
F04B 53/16	(2006.01)	
B24B 1/00	(2006.01)	
B24B 37/02	(2012.01)	
B24B 5/50	(2006.01)	
B28D 5/00	(2006.01)	
A61M 5/168	(2006.01)	
C30B 33/00	(2006.01)	
C30B 29/20	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.04.2013 PCT/RU2013/000342**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **03.07.2014 WO14104925**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.04.2013 E 13868960 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.06.2018 EP 2939810**

54 Título: **Procedimiento para procesar superficies cilíndricas de piezas de zafiro, un par de pistones de zafiro y una bomba de dosificación basada en los mismos**

30 Prioridad:
27.12.2012 RU 2012157503

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.09.2018

73 Titular/es:
**OBSHESTVO S OGRANICHENNOY
OTVETSTVENNOSTYU "FARMASAPFIR" (100.0%)
ul. Dorogobuzhskaya, 14
Moscow 121354, RU**

72 Inventor/es:
SAVENKOV, VITALY ALEKSEEVICH

74 Agente/Representante:
CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 682 921 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para procesar superficies cilíndricas de piezas de zafiro, un par de pistones de zafiro y una bomba de dosificación basada en los mismos

5 El conjunto de invenciones está relacionado con dispositivos, particularmente, con elementos de bomba y con bombas dosificadoras basadas en elementos de bomba, y también con la fabricación de dispositivos y de piezas de estos, particularmente, con el mecanizado de superficies cilíndricas de las piezas de zafiro. El grupo de invenciones puede usarse en cualquier campo técnico en el que se utilicen elementos de bomba, incluyendo componentes de dispositivos de bombeo y/o de dosificación (bombas dosificadoras), particularmente en las industrias farmacéutica, de procesamiento de alimentos, química, de perfumería, cosmética, de ingeniería y en otras industrias.

10 Ahora, la mayoría de las bombas dosificadoras para las industrias farmacéutica y de procesamiento de alimentos comprenden elementos de bomba de varios materiales metálicos y cerámicos (véase, por ejemplo, los documentos US4273263 A, 16.06.1981; DE2723320 C2, 04.11.1982; FR2797046 A1, 02.02.2001).

15 Pero, con las bombas dosificadoras con elementos de bomba metálicos y cerámicos, existe el problema del roce de piezas. Se forman partículas más pequeñas del material de estas piezas debido a la fricción de las piezas en contacto, que contaminan los líquidos a dosificar, lo que es especialmente indeseable en la industria farmacéutica. Además, debido a que las piezas que rozan se desgastan, el volumen a dosificar cambia, lo que tampoco es permisible para la dosificación de alta precisión. Además, las bombas dosificadoras en las industrias farmacéutica y de procesamiento de alimentos deberían soportar la exposición a largo plazo a factores operativos agresivos, en particular, al procedimiento de esterilización.

20 Puede lograrse una resistencia al desgaste significativamente mayor con la fabricación de piezas de elementos de bomba de cristales, en particular, de cristales basados en la modificación α del óxido de aluminio (α -Al₂O₃, también conocido como corindón).

25 El estudio realizado ha demostrado que, por ejemplo, el leucozafiro (que es la versión del α -Al₂O₃) dirigido hacia el eje de referencia [0001] tiene una resistencia al desgaste 10 veces mayor que la del recubrimiento de cromo, y 5 veces mayor que la de las cerámicas de corindón.

30 Además, el leucozafiro es transparente dentro del amplio dominio de la longitud de onda, tiene escasa dispersión de la luz y alta homogeneidad óptica, alta resistencia a la radiación y baja tensión interna, y alta resistencia a los medios agresivos. La transparencia del leucozafiro es la ventaja adicional que ofrece la posibilidad de controlar visualmente la presencia/ausencia de burbujas durante el funcionamiento de las bombas dosificadoras, lo que es importante para la dosificación de alta precisión.

35 Como dicta la tecnología, las piezas de los elementos de bomba se fabrican de cristal de leucozafiro (RU2240733 C1, 27.11.2004) Este es el prototipo de la presente invención. La desventaja de este prototipo es la gran rugosidad superficial. De acuerdo con una evaluación realizada por el autor de la presente invención sobre la base del conocimiento utilizado en la solución de ingeniería del procedimiento de mecanizado de superficies cilíndricas de piezas de elementos de bomba de zafiro, la rugosidad superficial Ra de la superficie de las piezas de los elementos de bomba de zafiro supera 5 μ m. La alta rugosidad superficial de las piezas que rozan conduce a una mayor fuerza de fricción entre ellas que a su vez da lugar a un mayor desgaste de las piezas que rozan y, de forma correspondiente, afecta a la consistencia de operación y a la vida útil de los elementos de bomba y de las bombas dosificadoras basadas en elementos de bomba.

40 La tarea que este grupo de invenciones ha de resolver radica en el desarrollo del procedimiento de mecanizado de superficies cilíndricas de zafiro que permite obtener un nivel de rugosidad superficial Ra de 0,2-0,5 nm (2-5 Å) y en la fabricación mediante este procedimiento de elementos de bomba de zafiro con un coeficiente de fricción mínimo.

45 El elemento de bomba consiste principalmente en un solo cristal de leucozafiro, pero también puede fabricarse de cristales basados en la modificación α del óxido de aluminio (α -Al₂O₃) con aditivos, por ejemplo, de cristal de color alejandrita, de rubí rojo, de zafiro azul, de zafiro naranja, de padparadscha naranja, de zafiro amarillo, de zafiro verde, de zafiro rosa, de zafiro rojo oscuro, de zafiro violeta y otros.

50 La invención se refiere a un procedimiento para mecanizar superficies cilíndricas de piezas de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio de acuerdo con la reivindicación 1 y a un elemento de bomba que comprende al menos una pieza externa e interna de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio de acuerdo con la reivindicación 7. Las piezas de trabajo preliminares, fabricadas con cristal de leucozafiro cultivado, con las tolerancias requeridas para el mecanizado posterior, se perforan usando una herramienta de diamante (conformado). Las unidades de ensamblaje principales de los dispositivos de bombeo y dosificación de zafiro son las siguientes: la porción (pieza) externa es el cilindro de zafiro (también conocido como caja, manguito o forro) y la porción (pieza) interna es el émbolo de zafiro (también conocido como pistón o vástago). El cilindro de zafiro y el émbolo de zafiro forman juntos el elemento de bomba. Por lo tanto, el elemento de bomba comprende al menos una pieza externa de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio y al menos una pieza interna de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio. Para algunos modelos de bombas dosificadoras, el diseño

proporciona una compuerta de deslizamiento de zafiro (el segundo émbolo actúa como válvula de retención).

Las piezas de trabajo de zafiro preliminares cilíndricas pueden obtenerse por dos procedimientos diferentes. En el primer procedimiento, se perforan piezas de trabajo cilíndricas de pistón y de cilindro de zafiro a partir de un solo cristal de zafiro cultivado de una sola pieza. La perforación se realiza con una corona de diamantes del diámetro requerido con la debida cuenta para permitir un mecanizado posterior. La perforación se realiza usando varios fluidos lubricantes. Estos pueden ser diferentes grados de aceites de corte sintéticos, por ejemplo, 5W-ADDINOL Super light 5W-40, OW CASTROL Formula SLXOW-30 y otros. El material restante se devuelve a la planta de fusión y crecimiento de cristales. El segundo procedimiento consiste en el aserrado de un "monocristal" de zafiro de una sola pieza (crecimiento mediante la técnica Kyropoulos) o de un monolito "quilla" (crecimiento mediante la técnica Bagdasarov) con discos de diamante para obtener bloques cuadrados. Posteriormente, estos bloques se mecanizan en equipos de mecanizado de rectificado con discos de diamante de grano grueso, es decir, se realiza un desbaste. El resultado son piezas de trabajo de zafiro cilíndricas desbastadas a máquina. Es preferible el primer procedimiento.

A continuación, las piezas de trabajo se mecanizan en equipos de mecanizado de alta precisión utilizando herramientas de diamante. En el procedimiento, se utilizan varios discos de diamante, coronas de diamantes y piedras afiladoras rodeadas de diamantes con diferentes tamaños de grano de diamante. En todos los procedimientos de mecanizado, se utilizan diversos fluidos lubricantes de forma obligatoria. Estos pueden ser diferentes grados de aceites de corte sintéticos, por ejemplo, 5W-ADDINOL Super light 5W-40, OW CASTROL Formula SLXOW-30 y otros

Posteriormente, las piezas de trabajo de zafiro se mecanizan con herramientas de diamante de granos de diamante más pequeños. En esta fase de mecanizado, se logra una tolerancia mínima a defectos para fases posteriores de mecanizado más preciso y fino. El procedimiento puede realizarse en equipos de rectificación de varios tipos y modificaciones, en particular, en la rectificadora circular multiusos modelo CG 2535-AL o CG 2550-AL, en la rectificadora semiautomática circular multiusos modelo 3U12AAF11 con Unidad de Lectura Digital y en otros.

A continuación, se realiza el mecanizado previo al acabado de las piezas de trabajo de leucozafiro con las herramientas de diamante de tamaño de grano mínimo. Se utilizan discos de diamante con ligante M1 con un tamaño de grano de 125/100 μm , 100/80 μm . El contenido es del 100 %, el grado del diamante es AC 15, AC 20, AC 32, la velocidad de la herramienta es de 5 m/s. En el procedimiento, se logra una rugosidad superficial Ra de 0,6 μm y la profundidad de la capa exterior es $h=11 \mu\text{m}$. La velocidad de eliminación del producto alcanza 1,000 $\mu\text{m}/\text{min}$. Esta fase de mecanizado se realiza paso a paso usando herramientas de corte de diamante con una reducción constante del tamaño de grano de diamante de estas herramientas. Dependiendo de la pieza determinada a mecanizar, el mecanizado puede realizarse tanto en equipos sin centros como entre centros, como sabe cualquier experto en la materia.

Cuando los cristales simples entran en contacto con las herramientas de mecanizado, debe tenerse en cuenta la anisotropía de las propiedades del leucozafiro. La mejora de la calidad del mecanizado se logra debido a la reducción del corte con granos individuales de una herramienta.

Una vez finalizado el mecanizado previo al acabado, debe aliviarse la tensión interna generada en las piezas de trabajo de zafiro para que no se produzca el agrietamiento del zafiro. Para esto, se utiliza la técnica de recocido de las piezas de trabajo de zafiro. La pieza de trabajo se carga en un horno de mufla, en el que al calentarse por etapas a 700-800 °C durante 20-30 minutos, se produce un alivio de la tensión interna. Posteriormente, el horno se apaga para un enfriamiento lento. Las piezas de trabajo enfriadas están listas para un mecanizado de acabado adicional.

A continuación viene el mecanizado de acabado, o el pulido químico y mecánico. La rugosidad superficial Ra de 0,2-0,5 nm (2-5 Å) de las caras de trabajo de los elementos de bomba de leucozafiro en las bombas dosificadoras de zafiro se logra de la siguiente manera. Las piezas sometidas a un mecanizado de preacabado sufren un pulido químico y mecánico. El modo de cuasi moldeabilidad permite el mecanizado de superficies con una rugosidad de 2-10 nm, la eliminación es de 0,4 $\mu\text{m}/\text{min}$ y el mecanizado se realiza con una rueda de pulido de tela con un grano de diamante de 5/3 μm sobre aceite de reloj a una presión de $1,5 \cdot 10^{-2} \text{ KSS}/\text{mm}^2$; en el pulido fino, el mecanizado se realiza con un grano de diamante de 1/0 μm sobre aceite de reloj, la eliminación es de 0,1 $\mu\text{m}/\text{min}$, y el resultado del procedimiento es la llamada textura de superficie a nanoescala. Como herramienta de acabado, se utilizan pulidoras de mano y ruedas de pulido semiblandas y blandas. La pieza de trabajo de estas herramientas está fabricada de materiales semiblandos y blandos como poliuretano, gamuza, fieltro, tela; los materiales más preferidos son gamuza genuina y tela. Como material de pulido, se usan grados de aceite filtrados en arena altamente purificados.

Durante el pulido químico y mecánico de las superficies de zafiro cilíndricas, se elimina la capa intermedia formada debido a la acción química de los fluidos en lugar del material base. El procedimiento de grabado puede dividirse en las dos fases siguientes:

- difusión de complejos de aniones y cationes en la superficie del cristal;
- formación de compuestos adsorbidos y eliminación de la superficie del cristal.

La rugosidad de las superficies mecanizadas se reduce y su textura y pureza mejoran:

- a medida que se reduce el tamaño del grano de suspensión de diamante;
- en la transferencia de herramientas de rectificado sólido en operaciones de primera fase de pulido y de pulido fino a instrumentos de pulido flexibles y blandos de poliuretano, gamuza y fieltro en operaciones de mecanizado final;
- en la transferencia del corte abrasivo de diamante a la interacción triboquímica del compuesto de pulido, por ejemplo NALCO-2354, NALCO 2360 o Siopol-1 (V.V. Rogov. Fisicoquímica en procedimientos de formación de superficies funcionales de equipos electrónicos y piezas de vidrio y de zafiro de sistemas ópticos ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) en el pulido triboquímico. Materialmente Sverkhtvyordiy, 2009, N.º 4, pág. 74-83; UA48581 A, 15.08.2002), con zafiro en la eliminación de la tolerancia.

En el procedimiento, se logra una rugosidad mínima Ra de 2-5 Å de superficie cilíndrica maquinada y la pureza óptica de clase más alta P 0-10 (Norma estatal (GOST) 11141-84). Con eso, la tasa de solución de grabado suministrada gota a gota a la rueda de pulido es de 25-45 gotas por minuto. Para obtener tales resultados, se usa uno de los dos tipos de compuestos de pulido:

1. Siopol-1 con licor coloidal agua-amoniaco OSCh.6-3, pH 9.3 (V.V. Rogov. Fisicoquímica en procedimientos de formación de superficies funcionales de equipos electrónicos y piezas de vidrio y de zafiro de sistemas ópticos ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) en el pulido triboquímico. Materialmente Sverkhtvyordiy, 2009, N.º 4, pág. 74-83; UA48581 A, 15.08.2002)

2. Solución de agua de sílice coloidal (S1O2) NALCO-2354, pH 10,85 o NALCO-2360, pH 8,54.

La rugosidad superficial Ra es de 0,2-0,5 nm (2-5 Å). Todos los procedimientos de mecanizado, su alta precisión geométrica de redondez, el paralelismo, la centricidad, la linealidad y la rugosidad superficial en todas las fases de fabricación se monitorizan en pantallas electrónicas de monitores de equipos de mecanizado de alta precisión. La aceptación final de la calidad de fabricación se realiza en el laboratorio SGC utilizando instrumentos de medición mecánicos y electrónicos. El parámetro Ra se mide utilizando instrumentos ópticos sin contacto, en particular, MII-5, MII-10 y MII-15 (MII significa microscopio de interferencia de medición), MPI (microscopio de interferencia de indicación de rugosidad) y el sistema de análisis de doble haz FEI Helios 650 Nanolab para escanear microscopía electrónica e iónica (SEM: microscopía de superficie con resolución de menos de 0,7 nm).

Posteriormente, si es necesario, el vástago y el cilindro de zafiro se presionan sobre las piezas metálicas apropiadas usando una prensa mecánica manual. Las porciones auxiliares de los dispensadores, en particular, de los dispensadores para su fijación a una máquina, para el prensado de zafiro sobre metal, consisten en acero inoxidable de grado médico preferentemente de grado AISI 316 L o de grado 12Kh18N10T.

Mediante el "procedimiento multietapa de pulido químico y mecánico" de las caras de trabajo de los elementos de bomba de zafiro descrito anteriormente, se logra el resultado técnico de la invención, es decir, la reducción del coeficiente de fricción de las superficies que rozan, que a su vez permite reducir el desgaste de las piezas del elemento de bomba, aumentando así la vida útil de la bomba dosificadora basada en elementos de bomba, incluido el mantenimiento prolongado de la precisión de dosificación de los fluidos dispensados, que es especialmente importante en la industria farmacéutica cuando se dosifica un medicamento líquido. La vida útil esperada de las bombas dosificadoras basadas en elementos de bomba de zafiro mecanizados mediante el "procedimiento multietapa de pulido químico y mecánico" es de 25-30 años que supera significativamente la vida útil de las bombas dosificadoras comercialmente disponibles actualmente con elementos de bomba metálicos y cerámicos.

La realización a modo de ejemplo anterior no es limitativa, y un experto en la materia puede implementar otras realizaciones dentro de las reivindicaciones. Para los elementos de bomba y la bomba dosificadora basada en elementos de bomba reivindicados, las únicas características esenciales en la relación de causa y efecto con el resultado técnico que se logra son el material del que están fabricadas las piezas del elemento de bomba-el de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio, preferentemente el monocristal de leucozafiro, y la rugosidad superficial Ra de 0,2-0,5 nm (2-5 Å); todas las demás características, como la presencia de piezas adicionales, la geometría y los materiales de las piezas, excepto el material del cilindro y del pistón, las características de diseño de las bombas dosificadoras, etc. no son esenciales para lograr el resultado técnico reivindicado y un experto en la materia puede seleccionarlas a partir de opciones conocidas sobre la base de principios de diseño conocidos. Para el procedimiento reivindicado de mecanizado de superficies cilíndricas de piezas de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio con el logro de una rugosidad superficial Ra de 0,2-0,5 nm (2-5 Å), las características esenciales en la relación de causa y efecto con el resultado técnico que se logra es la presencia de las siguientes fases y sustancias: perforación de piezas de trabajo preliminares de piezas de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio utilizando herramientas de diamantes, mecanizado de la superficie en tres etapas con herramientas de diamantes en presencia de fluidos lubricantes con la reducción sucesiva del tamaño de grano abrasivo a 125/100 y/o 100/80 μm , alivio de la tensión interna en las piezas de trabajo a través del recocido en el horno de mufla, mecanizado de la superficie con pulidoras de mano o ruedas de pulido

semiblandas o blandas con tamaño de grano de diamante de $5/3\ \mu\text{m}$ y/o $1/0\ \mu\text{m}$ sobre aceite de reloj, pulido triboquímico de la superficie con compuestos de pulido basados en SiO_2 coloidal. El presente procedimiento de mecanizado puede usarse también para otras superficies no planas de zafiro, por ejemplo para superficies esféricas.

- 5 El conjunto de invenciones cumple con los requisitos de unidad de la invención, ya que el procedimiento de mecanizado está destinado a la fabricación del elemento de bomba y de la bomba dosificadora basada en elementos de bomba, y el elemento de bomba está concebido para su uso en la bomba de dosificación.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de mecanizado de superficies cilíndricas de piezas de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio con el logro de una rugosidad superficial Ra de 0,2-0,5 nm (2-5 Å) que comprende: la perforación de las piezas de trabajo preliminares de piezas de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio usando herramientas de diamantes, el mecanizado en tres etapas de la superficie con las herramientas de diamantes en presencia de fluidos lubricantes con la reducción sucesiva del tamaño de grano abrasivo a 125/100 y/o 100/80 μm , el alivio de la tensión interna en piezas de trabajo mediante recocido en el horno de mufla, el mecanizado de la superficie con pulidoras de mano o ruedas de pulido semiblandas o blandas con tamaño de grano de diamante de 5/3 μm y/o 1/0 μm sobre aceite de reloj, el pulido triboquímico de la superficie con compuestos de pulido basados en SiO_2 coloidal .
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio es el monocristal de leucozafiro.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio es el cristal con aditivos seleccionados del siguiente grupo: cristal de color alejandrita, rubí rojo, zafiro azul, zafiro naranja, padparadscha naranja, zafiro amarillo, zafiro verde, zafiro rojo oscuro, zafiro violeta.
4. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las piezas son el cilindro y el pistón del elemento de bomba.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la pieza de trabajo de la pulidora manual o del disco de pulido semiblandos o blandos está fabricada de poliuretano, gamuza, fieltro o tela.
6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el NALCO-2354, NALCO-2360 o Siopol-1 se usa como compuesto de pulido basado en SiO_2 coloidal.
7. Elemento de bomba que comprende al menos una pieza externa de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio y al menos una pieza interna de cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio; **caracterizado porque** una rugosidad Ra de las caras de trabajo en contacto de las piezas es de 0,2-0,5 nm (2-5 Å).
8. Elemento de bomba de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio es el monocristal de leucozafiro.
9. Elemento de bomba de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el cristal basado en la modificación α del óxido de aluminio es el cristal con aditivos seleccionados del siguiente grupo: cristal de color alejandrita, rubí rojo, zafiro azul, zafiro naranja, padparadscha naranja, zafiro amarillo, zafiro verde, zafiro rojo oscuro, zafiro violeta.
10. Elemento de bomba de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que las piezas externa e interna son el cilindro y el pistón, correspondientemente.
11. Bomba dosificadora que comprende el elemento de bomba de la reivindicación 7.
12. Bomba dosificadora de acuerdo con la reivindicación 11 para uso en la industria farmacéutica, de procesamiento de alimentos, química, de perfumería, cosmética o de ingeniería.