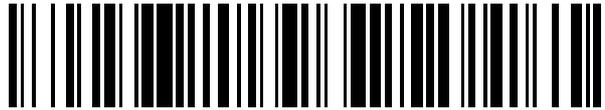


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 694 764**

51 Int. Cl.:

C04B 35/19 (2006.01)

C04B 35/645 (2006.01)

C04B 35/626 (2006.01)

C04B 35/195 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.12.2010 PCT/ES2010/070850**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.07.2011 WO11083193**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.12.2010 E 10842009 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.08.2018 EP 2518037**

54 Título: **Material compuesto con coeficiente de expansión térmica controlado con cerámicas oxídicas y su procedimiento de obtención**

30 Prioridad:

21.12.2009 ES 200931218

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

27.12.2018

73 Titular/es:

**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS (CSIC) (100.0%)
C/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES**

72 Inventor/es:

**TORRECILLAS SAN MILLAN, RAMÓN;
GARCÍA MORENO, OLGA y
FERNÁNDEZ VALDES, ADOLFO**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques
o Bemerkungen) en el folleto original publicado
por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 694 764 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).

DESCRIPCION

Material compuesto con coeficiente de expansión térmica controlado con cerámicas oxídicas y su procedimiento de obtención

5 La presente invención se refiere a un material compuesto que comprende un componente cerámico, caracterizado por tener un coeficiente de expansión térmica negativo, y partículas cerámicas oxídicas, a su procedimiento de obtención y a sus usos en microelectrónica, óptica de precisión, aeronáutica y aeroespacial.

10 ESTADO DE LA TÉCNICA ANTERIOR

Los materiales con bajo coeficiente de expansión térmica (CTE) tienen un amplio rango de aplicaciones en muy distintos campos. Este tipo de materiales son requeridos en muchos tipos de aparatos de precisión y de equipos de instrumentación en sistemas de alta tecnología, en la industria de la microelectrónica y la óptica de precisión. En resumen, en todas aquellas aplicaciones en las que tenga que asegurarse la estabilidad dimensional de algún elemento de precisión con los cambios de temperatura, será necesario disminuir el CTE de los materiales que conformen esos elementos. El problema del desajuste en la expansión térmica en elementos fabricados con distintos materiales puede también solventarse mediante el diseño de composites con un CTE requerido (y homogéneo). El diseño de estos materiales con CTE "a medida" se puede abordar mediante la combinación de componentes con expansión positiva y negativa. Este diseño a medida del CTE de los composites se puede llevar a cabo para diferentes temperaturas, de tal manera que el campo de aplicación final de los componentes con CTE nulo dependerá de que también se consigan el resto de características que la funcionalidad concreta para esa aplicación requiera. La familia de cerámicas y vitrocerámicas de aluminosilicatos de litio (LAS) es frecuentemente usada con este propósito en muchos campos de aplicación, desde las vitrocerámicas para cocinas hasta espejos para satélites. Algunas fases minerales de esta familia poseen CTE negativo lo que permite su uso en composites con CTE controlado y a medida. Frecuentemente, los materiales con CTE negativo tienen una resistencia a la fractura baja ya que su negatividad es debida a una fuerte anisotropía entre las diferentes orientaciones cristalográficas, en las que en una de ellas se suele encontrar la expansión negativa y en las otras dos positiva. Esta anisotropía suele causar microfisuras que dan como resultado valores bajos en las propiedades mecánicas de estos materiales. De todas maneras, la utilidad de estas propiedades de expansión para la fabricación de composites con CTE nulo tiene un amplio rango de potencial en aplicaciones en ingeniería, fotónica, electrónica y aplicaciones estructurales concretas (Roy, R. et al., Annual Review of Materials Science, 1989, 19, 59-81). La fase con expansión negativa en el sistema LAS es la β - eucryptita (LiAlSiO_4), debido a la gran expansión negativa en la dirección de uno de sus ejes cristalográficos. Las fases espodumena ($\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$) y petalita ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$) tienen CTE próximos a cero. El método tradicional de fabricación de materiales con composición LAS es el procesado de vidrios para producir vitrocerámicas. Este método implica el conformado de vidrio para después aplicar un tratamiento térmico a temperaturas inferiores para la consecuente precipitación de fases LAS cristalinas y así controlar su CTE. En ocasiones este proceso produce materiales heterogéneos y, desde luego, al tratarse de un vidrio, sus propiedades mecánicas (rigidez y resistencia) no son suficientemente altas para muchas aplicaciones industriales, comparadas con otras cerámicas. Este es el caso de Zerodur® (comercializado por Schott) ampliamente utilizado en multitud de aplicaciones pero con valores de resistencia a la fractura y módulo de elasticidad demasiado bajos. Es necesaria pues una alternativa a las vitrocerámicas si se requieren mejores propiedades mecánicas. Existen otros materiales cerámicos con CTE próximo a cero como la cordierita, tal y como se describe en US4403017, o el Invar® también con insuficientes propiedades mecánicas. Una alternativa en la preparación de materiales con bajo CTE consiste en la adición de una segunda fase con coeficiente de expansión térmica positivo a una matriz cerámica de composición LAS cuyo CTE es negativo, como en los casos US6953538, JP2007076949 o JP2002220277, y la solicitud de patente P200930633. Esta última opción es muy interesante ya que se puede ajustar tanto el valor del CTE como el resto de propiedades mediante la adición de las proporciones adecuadas de segundas fases en la matriz. Por otro lado, y teniendo en cuenta que las propiedades finales del material son consecuencia de la combinación de dos o más componentes, el principal problema de estos composites radica en conseguir controlar el valor del CTE para un amplio intervalo de temperaturas. Así, en US6953538, JP2007076949 o JP2002220277, los intervalos de temperatura en los cuales se consigue alta estabilidad dimensional son de unos 30-50 °C. En la solicitud de patente P200930633 se amplía el rango de temperatura para un valor de CTE próximo a cero.

55 En la patente (US6566290B2) se describe un material compuesto con matriz de LAS con aplicación en el campo de la automoción, como filtros en motores diesel, en la que se protege un material con CTE bajo pero con alta porosidad (hasta un 35 - 65 % en volumen). Estos materiales no pueden cumplir los requisitos de propiedades mecánicas mejoradas.

60 DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención proporciona un material compuesto de matriz cerámica y partículas cerámicas oxídicas, que ofrece excelentes propiedades mecánicas, térmicas y elevada resistencia a la oxidación, también proporciona su procedimiento de obtención, y sus usos en microelectrónica, óptica de precisión, aeronáutica y aeroespacial.

65 Un primer aspecto de la presente invención se refiere a un material de acuerdo a la reivindicación 1.

En la presente invención se entiende “material compuesto” se entiende como materiales formados por dos o más componentes distinguibles entre sí, poseen propiedades que se obtienen de las combinaciones de sus componentes, siendo superiores a la de los materiales que los forman por separado.

Se entiende en la presente invención por “coeficiente de expansión térmica (CTE)” al parámetro que refleja la variación en el volumen que experimenta un material al calentarse.

Dicho componente cerámico tiene un porcentaje respecto al material final, superior al 0,1% en volumen.

En una realización preferente las partículas cerámicas oxídicas tienen un tamaño entre 20 y 1000nm.

Las ventajas que presenta el material de la presente invención al utilizar mullita como segunda fase en estos composites radica en: la posibilidad de obtener y de usar estos materiales en atmósferas oxidantes a alta temperatura, manteniendo el CTE en valores próximos a cero o controlados, la baja densidad del composite, y con propiedades mecánicas mejoradas con respecto a las cerámicas de LAS puro.

La presente invención se basa en nuevos materiales cerámicos compuestos basados en aluminosilicatos con CTE negativo y segundas fases de partículas cerámicas oxídicas. La composición final del material se puede ajustar en función del contenido en aluminosilicato con CTE negativo utilizado, lo que determina la cantidad necesaria de segunda fase oxídica para obtener un material final con CTE según las necesidades deseadas.

Un segundo aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento de obtención del material según se ha descrito anteriormente, de acuerdo a la reivindicación 2.

El mezclado de la etapa (a) se realiza preferiblemente entre 100 y 500 r.p.m. Este mezclado se puede realizar en un molino de atrición.

Las condiciones de procesamiento del material compuesto tienen una influencia decisiva en características críticas del material formado, como son su densidad o la distribución de la porosidad, y determinan en gran medida la posibilidad de obtener un material denso por medio de sinterización en estado sólido. Durante el procesamiento de la mezcla de polvos es necesario obtener una distribución homogénea de los distintos componentes evitando la formación de aglomerados, lo cual es especialmente importante en el caso de los polvos nanométricos.

El secado de la etapa (b) en una realización preferida se realiza por atomización.

Se entiende por “atomización” en la presente invención por un método de secado por pulverización de disoluciones y suspensiones con una corriente de aire.

El conformado de la etapa (c) se realiza preferiblemente por prensado isostático en frío o por prensado en caliente.

Se entiende por “prensado isostático” en la presente invención por un método de compactación que se realiza encerrando herméticamente el material, generalmente en forma de polvo, en moldes, aplicándose una presión hidrostática mediante un fluido, las piezas así obtenidas tienen propiedades uniformes e isotrópicas.

Cuando se realiza el prensado isostático en frío se realiza más preferiblemente a presiones entre 100 y 400 MPa.

El control sobre la reactividad de las fases en el proceso de sinterización permite el ajuste del CTE del composite manteniendo una baja densidad y mejorando las propiedades mecánicas y la rigidez flexural con respecto a las cerámicas monolíticas LAS.

Las etapas de conformado y sinterización (c) y (d) se realizan mediante Sinterización por Descarga de Plasma (SPS) aplicando una presión uniaxial entre 2 y 100 MPa a una temperatura comprendida entre 700 y 1600°C con una rampa de calentamiento entre 2 y 300 °C/min, manteniendo esta temperatura durante un periodo entre 1 y 120 min. Este método de sinterización posibilita la obtención de materiales con un tamaño de grano controlado en cortos periodos de tiempo.

En una realización diferente a la de la invención, las etapas de conformado y sinterizado (c) y (d) se realizan a través de prensado en caliente aplicando una presión uniaxial de entre 5 y 150 MPa a una temperatura entre 900 y 1600 °C, manteniendo esta temperatura entre 0.5 y 10 horas. Este procedimiento puede ser realizado usando el método de prensado en caliente.

La alternativa que se presenta en la presente invención es la obtención de materiales cerámicos con bajo coeficiente de expansión térmica y controlado en un amplio rango de temperatura, lo que los hace adaptables a multitud de aplicaciones debido a sus propiedades mecánicas, su baja densidad y estabilidad a alta temperatura en atmósfera oxidante.

La preparación se lleva a cabo mediante un proceso de fabricación sencillo de polvo nanocompuesto, el cual se conforma y sinteriza en estado sólido mediante diferentes técnicas, evitando la formación de vidrios y, en consecuencia, consiguiendo unas propiedades mecánicas mejoradas. Se ha seleccionado una matriz de β -eucryptita y una segunda fase de mullita en forma de nanopartículas, con el objetivo de obtener un material final con buenas prestaciones mecánicas, resistente en atmósferas oxidantes, y con estabilidad dimensional controlada, caracterizado por estar compuesto de un componente con coeficiente de expansión térmica negativa y materiales cerámicos de naturaleza oxidica, con una porosidad inferior al 10 vol%, presentando un coeficiente de expansión térmica ajustado de acuerdo a la composición entre -6×10^{-6} y $+6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en el intervalo de temperatura entre -150°C y $+750^\circ\text{C}$, una resistencia a la fractura superior a 80 MPa y un módulo elástico superior a 50 GPa y una densidad baja.

Un tercer aspecto de la presente invención se refiere al uso del material como material en la fabricación de componentes cerámicos con alta estabilidad dimensional. Y preferiblemente en la fabricación de la estructura de espejos en telescopios astronómicos y telescopios de rayos X en satélites, elementos ópticos en sondas de cometas, satélites meteorológicos y microlitografías, espejos y monturas en giroscopios de anillo láser, indicadores de distancia en láser de resonancia, barras de medida y estándares en tecnologías de medidas de alta precisión.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1. Muestra el diagrama de fases del sistema $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, en el que se muestra la composición utilizada en los ejemplos de la presente invención.

Figura 2. Muestra las curvas α correspondientes a los materiales $\text{LAS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ obtenidos mediante sinterización en horno convencional en aire y SPS.

EJEMPLOS

A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la especificidad y efectividad del material compuesto cerámico de alta estabilidad dimensional con CTE controlado en el intervalo $(-150, 750) \text{ } ^\circ\text{C}$ como realización particular del procedimiento objeto de la invención.

Ejemplo 1 (no realizado de acuerdo a la invención)

Material compuesto $\text{LAS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ con CTE menor de $10.7 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en el intervalo $-150 \text{ } ^\circ\text{C}$ a $750 \text{ } ^\circ\text{C}$

Las materias primas de partida son:

- Polvo de LAS con la composición LiAlSiO_4 (composición en la Figura 1) con tamaño medio de partícula de $1 \text{ } \mu\text{m}$ y densidad $2,39 \text{ g}/\text{cm}^3$.
- Polvo de Al_2O_3 , con tamaño medio de partícula menor de 160 nm y densidad $3,90 \text{ g}/\text{cm}^3$.
- Etanol anhidro (99,97% de pureza)

Abreviatura	Compuesto
Cr	Cristobalita
Tr	Tridimita
Mu	Mullita
B Sp ss	Espodumena solución sólida
B Eu ss	Eucryptita solución sólida
P	Petalita
R	Li ortoclasa
S	Espodumena
E	Eucryptita

Tabla 1: Abreviaturas usadas en la Figura 1.

Se emplearon 872 g de LAS que fueron puestos en dispersión en 1400 g de etanol. A continuación se mezcló con una suspensión de 128 g de Al_2O_3 en 1000 g de etanol. El conjunto se homogenizó mediante agitación mecánica durante 60 minutos y posteriormente se molió en molino de atrición operando a 300 r.p.m durante 60 minutos más. La suspensión así preparada se secó mediante atomización, obteniéndose un granulado nanocompuesto al tiempo que se recupera el

etanol del proceso. La etapa de molienda permitió preparar un polvo homogéneo y de tamaño nanométrico que mejoró la densificación del material final.

5 El producto seco se sometió a un proceso de conformado mediante prensado isostático en frío a 200 MPa. Se obtuvo un material conformado que se sinterizó en horno convencional en aire a 1350 °C, con una estancia de 240 minutos y rampa de calentamiento de 5 °C/min. Tras esta estancia se controló el enfriamiento también a 5 °C/min hasta una temperatura de 900 °C y desde esa temperatura se dejó enfriar el horno sin control de la temperatura.

10 El material resultante fue caracterizado por su densidad real (picnometría de helio), densidad aparente (método de Arquímedes), módulo de Young (método de frecuencia de resonancia en un equipo Grindosonic), resistencia a la fractura (método de flexión en cuatro puntos en un equipo INSTRON 8562), y coeficiente de dilatación térmica (dilatómetro marca NETZSCH modelo DIL402C). Los valores correspondientes aparecen en la Tabla 2. La variación del coeficiente de expansión térmica con la temperatura se representa en la Figura 2.

Propiedad	Ej.1
% Densidad teórica $100 \times (d_{\text{aparente}}/d_{\text{real}})$	93.70
Módulo de Young (GPa)	110
Resistencia a la fractura (MPa)	138
CTE ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) (-150, 450) °C	-1.08
CTE ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) (-150, 750) °C	-0.70

15 Tabla 2: Resultados obtenidos tras la caracterización de los materiales de LAS/ Al_2O_3

Ejemplo 2

20 Material compuesto LAS/ $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ con CTE $< |0.9| \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en el intervalo -150 °C a 450 °C.

Las materias primas de partida son:

- 25 • Polvo de LAS con la composición LiAlSiO_4 (composición en la Figura 1) con tamaño medio de partícula de 1 μm y densidad 2,39 g/cm^3 .
- Polvo de Mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), con tamaño medio de partícula 700 nm y densidad 3,05 g/cm^3 .
- Etanol anhidro (99,97% de pureza)
-

30 Se emplearon 562 g de LAS que fueron puestos en dispersión en 1400 g de etanol. A continuación se mezcló con una suspensión de 438 g de Al_2O_3 en 1000 g de etanol. El conjunto se homogenizó mediante agitación mecánica durante 60 minutos y posteriormente se molió en molino de atrición cargado con 9 kg de bolas de molienda, operando a 300 r.p.m durante 60 minutos más.

35 La suspensión se secó mediante atomización, obteniéndose un granulado nanocompuesto al tiempo que se recuperó el etanol del proceso.

El producto seco así obtenido se sometió a un proceso de conformado y sinterización mediante Spark Plasma Sintering (SPS). Para ello, se introdujeron 50 gramos del material en un molde de grafito de 40 mm de diámetro y se prensó uniaxialmente a 5 MPa. Seguidamente se llevó a cabo la sinterización aplicando una presión máxima de 16 MPa, con rampa de calentamiento de 100 °C/min hasta 1250 °C y 2 minutos de estancia.

40 El material resultante fue caracterizado por su densidad real (picnometría de helio), densidad aparente (método de Arquímedes), módulo de Young (método de frecuencia de resonancia en un equipo Grindosonic), resistencia a la fractura (método de flexión en cuatro puntos en un equipo INSTRON 8562), y coeficiente de dilatación térmica (dilatómetro marca NETZSCH modelo DIL402C). Los valores correspondientes aparecen en la Tabla 3. La variación del coeficiente de expansión térmica con la temperatura se representa en la Figura 2.

Propiedad	Ej.2
% Densidad teórica $100 \times (d_{\text{aparente}}/d_{\text{real}})$	99.99
Módulo de Young (GPa)	128
Resistencia a la fractura (MPa)	166
CTE ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) (-150, 450) °C	0.90
CTE ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) (-150, 750) °C	n.d

Tabla 3: Resultados obtenidos tras la caracterización de los materiales de LAS/ Al_2O_3

50 **Ejemplo 3 (no realizado de acuerdo a la invención)**

Material compuesto LAS/ $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ con CTE $< |0.6| \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en el intervalo -150°C a 450°C.

ES 2 694 764 T3

Las materias primas de partida son:

- Polvo de LAS con la composición LiAlSiO_4 (composición en la Figura 1) con tamaño medio de partícula de 1 μm y densidad 2,39 g/cm^3 .
- Polvo de Al_2O_3 , con tamaño medio de partícula menor de 160 nm y densidad 3,90 g/cm^3 .
- Etanol anhidro (99,97% de pureza)
-

Se emplearon 843 g de LAS que fueron puestos en dispersión en 1400 g. de etanol. A continuación se mezcló con una suspensión de 157 g. de n-SiC en 1000 g de etanol. El conjunto se homogenizó mediante agitación mecánica durante 60 minutos y posteriormente se molió en molino de atrición cargado con 9 kg de bolas de molienda, operando a 300 r.p.m durante 60 minutos más.

La suspensión se secó mediante atomización, obteniéndose un granulado nanocompuesto al tiempo que se recupera el etanol del proceso.

El producto seco así obtenido se sometió a un proceso de conformado y sinterización mediante Hot-Press. Para ello, se introdujeron 50 gramos del material en un molde de grafito de 50 mm de diámetro y se prensó uniaxialmente a 15 MPa. Seguidamente se llevó a cabo la sinterización aplicando una presión máxima de 50 MPa, con rampa de calentamiento de 5 $^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta 1200 $^\circ\text{C}$ y 60 minutos de estancia.

El material resultante fue caracterizado por su densidad real (picnometría de helio), densidad aparente (método de Arquímedes), módulo de Young (método de frecuencia de resonancia en un equipo Grindosonic), resistencia a la fractura (método de flexión en cuatro puntos en un equipo INSTRON 8562), y coeficiente de dilatación térmica (dilatómetro marca NETZSCH modelo DIL402C). Los valores correspondientes aparecen en la Tabla 4. La variación del coeficiente de expansión térmica con la temperatura se representa en la Figura 2.

Propiedad	Ej.3
% Densidad teórica $100 \times (d_{\text{aparente}}/d_{\text{real}})$	100.0
Módulo de Young (GPa)	135
Resistencia a la fractura (MPa)	164
CTE ($\times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) (-150, 450) $^\circ\text{C}$	-0.15
CTE ($\times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) (-150, 750) $^\circ\text{C}$	n.d

Tabla 4: Resultados obtenidos tras la caracterización de los materiales de LAS/ Al_2O_3

REIVINDICACIONES

1. Material que comprende:

- 5 a. Una matriz de componente cerámico de β -eucryptita, y
 b. partículas cerámicas oxídicas de mullita en forma nanoparticulada,
 donde dicho material esta caracterizado por
- poseer una porosidad inferior al 10% en volumen;
 - poseer un coeficiente de expansión térmico controlado entre $-6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ y $6.01 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en un
 - 10 rango de temperatura entre $-150 \text{ } ^\circ\text{C}$ y $750 \text{ } ^\circ\text{C}$;
 - tener una resistencia a fractura superior a 80 MPa;
 - tener un módulo de elasticidad superior a 50 GPa
 - y tener baja densidad;

y donde dicho material es obtenido mediante un proceso que comprende las etapas:

- 15 (a) Mezclado de la matriz de componente cerámico de β -eucryptita, con las partículas cerámicas oxídicas de mullita en forma nanoparticulada en un disolvente, preferiblemente el disolvente se selecciona entre agua, alcohol anhidro o cualquiera de sus combinaciones, el alcohol anhidro, es etanol anhidro, más preferiblemente la mezcla es realizada en un molino de atrición operando entre 100 y 500 r.p.m.;
- 20 (b) secado de la mezcla obtenida en (a), preferiblemente el secado es realizado mediante atomización;
- (c) conformado del material obtenido en (b),
- (d) sinterizado del material obtenido en (c).
- 25 donde las etapas (c) y (d) se realizan en un único paso y donde la etapa de conformado (c) y el paso de sinterizado (d) se realiza mediante Sinterización por Descarga de Plasma y aplicando una presión uniaxial entre 2 y 100 MPa, a una temperatura entre 700 y 1600 $^\circ\text{C}$, y una rampa de calentamiento entre 2 y 300 $^\circ\text{C}/\text{min}$, permaneciendo a esta temperatura por un periodo entre 1 y 120 min.

30 2. Procedimiento de obtención del material compuesto de acuerdo a la reivindicación 1 que comprende las etapas:

- 35 (a) Mezclado de la matriz de componente cerámico de β -eucryptita, con las partículas cerámicas oxídicas de mullita en forma nanoparticulada en un disolvente, preferiblemente el disolvente se selecciona entre agua, alcohol anhidro o cualquiera de sus combinaciones, el alcohol anhidro, es etanol anhidro, más preferiblemente la mezcla es realizada en un molino de atrición operando entre 100 y 500 r.p.m.;
- (b) secado de la mezcla obtenida en (a), preferiblemente el secado es realizado mediante atomización;
- 40 (c) conformado del material obtenido en (b),
- (d) sinterizado del material obtenido en (c).
- 45 donde las etapas (c) y (d) se realizan en un único paso y donde la etapa de conformado (c) y el paso de sinterizado (d) se realiza mediante Sinterización por Descarga de Plasma y aplicando una presión uniaxial entre 2 y 100 MPa, a una temperatura entre 700 y 1600 $^\circ\text{C}$, y una rampa de calentamiento entre 2 y 300 $^\circ\text{C}/\text{min}$, permaneciendo a esta temperatura por un periodo entre 1 y 120 min.

50 3. Uso del material según la reivindicación 1, como material en la fabricación de componentes cerámicos con alta estabilidad dimensional.

55 4. Uso del material compuesto según la reivindicación 3, en la fabricación de la estructura de espejos en telescopios astronómicos y telescopios de rayos X en satélites, elementos ópticos en sondas de cometas, satélites meteorológicos y microlitografías, espejos y monturas en giroscopios de anillo láser, indicadores de distancia en láser de resonancia, barras de medida y estándares en tecnologías de medidas de alta precisión.

Fig. 1

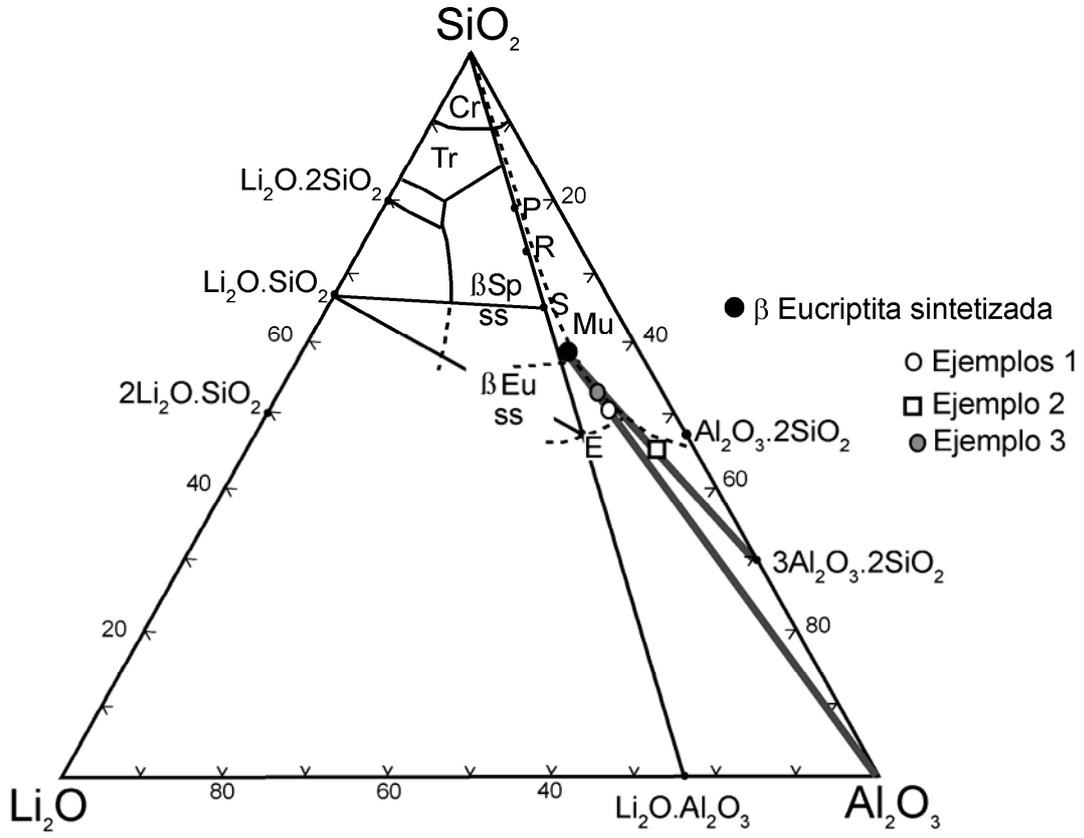


Fig. 2

