

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 764 444**

51 Int. Cl.:

B23K 26/08 (2014.01)

C03C 23/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.03.2007 PCT/ES2007/070047**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.09.2007 WO07101900**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.03.2007 E 07730487 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2019 EP 1992445**

54 Título: **Horno continuo con láser acoplado para el tratamiento superficial de materiales**

30 Prioridad:

07.03.2006 ES 200600560

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

03.06.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**ESTEPA MILLAN, LUIS CARLOS y
FUENTE LEIS, GERMAN FRANCISCO**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 764 444 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

Horno continuo con láser acoplado para el tratamiento superficial de materiales.

5 **Objeto de la invención**

En los sectores industriales donde el aporte de calor es esencial, como en el cerámico, el láser puede permitir realizar procesos superficiales y de volumen previamente inconcebibles en base a la tecnología convencional. En la presente invención, integrando el láser a sistemas de tratamiento convencional, se obtienen las ventajas energéticas y las que se refieren al volumen de emisiones de CO₂ que permiten convertir procesos inviables en económicamente atractivos, se puede conseguir rentabilizar procesos que en la actualidad no son económicamente viables y se pueden realizar nuevos procesos irrealizables con las técnicas actuales.

Con la invención propuesta, que hace uso simultaneo de radiación láser enfocada sobre la pieza, al mismo tiempo que la masa de ésta se mantiene a baja temperatura con calentamiento convencional, se alcanzan temperaturas muy elevadas (hasta 3000 °C) en la superficie. Este hecho permite realizar recubrimientos de altas prestaciones mecánicas ó funcionales (electrónicas, ópticas, etc.) como por ejemplo esmaltes especiales de alto punto de fusión actualmente inalcanzables. De esta manera, al bajar la temperatura de la masa de la pieza obtenemos un gran ahorro energético y de emisiones de CO₂ en el proceso, así como una potencial reducción del volumen del sistema de tratamiento.

Estado de la técnica

Los tratamientos de materiales por láser se han realizado prácticamente desde que existen sistemas láseres comerciales, hace ya varias décadas. La utilización del láser en operaciones de corte, marcaje y soldadura de una gran diversidad de materiales es, hoy en día, habitual en muchos sectores industriales y existen sistemas comerciales de altas prestaciones para introducir en ambientes industriales. La fiabilidad, flexibilidad y adaptabilidad del láser a procesos de alta productividad, junto con otras ventajas que aporta (reducción de residuos y mejora del ambiente del trabajador, entre otras) y su progresiva miniaturización e incremento en eficiencia permiten proyectar un incremento sustancial en su adaptación a nuevos procesos de transformación en la industria de materiales en general.

En lo que respecta a la presente invención, los antecedentes científico-técnicos que describen el estado de la técnica se resumen a continuación.

La producción de materiales cerámicos está generalmente ligada a elevadas temperaturas, características de los procesos particulares de sinterización relacionados con las diversas composiciones, microestructuras y propiedades deseadas de los mismos [Introduction to Ceramics, W. D. Kingery, H. K. Bowen, D. R. Uhlmann, Wiley, New York (1976), 2ª Edición]. Por ejemplo, en la industria del azulejo son habituales para la mayoría de los productos utilizados en pavimentación y revestimiento temperaturas de sinterización comprendidas entre 1100 y 1300 °C. Para producir cantidades industriales de estos productos, durante las últimas décadas se han desarrollado hornos continuos de gran longitud, con soporte y movimiento de piezas basados en la utilización de rodillos cerámicos.

El mayor avance realizado durante este tiempo es quizás el desarrollo de la monococción, que permite optimizar y minimizar la duración del proceso de sinterizado, evitando cocciones múltiples y permitiendo realizar la decoración y consolidación de la pieza en un solo proceso [Materias Primas y Aditivos Cerámicos, L. Sánchez-Muñoz y J. B. Carda Castelló, Enciclopedia Cerámica, tomo II.1, Faenza Editrice Ibérica, S. L., Castellón (2002)]. Aunque los resultados han sido satisfactorios y, en muchos casos espectaculares, el nivel de la técnica parece haber llegado a un grado de evolución tal que sólo cambios cualitativos permitirán mejorar las propiedades de los materiales cerámicos para que sigan siendo competitivos frente a otras opciones (compuestos, por ejemplo) que están evolucionando de manera considerable durante los últimos años [Esmaltes y Pigmentos Cerámicos, P. Escribano López, J. B. Carda Castelló, E. Cordoncillo Cordoncillo, Enciclopedia Cerámica, tomo 1, Faenza Editrice Ibérica, S. L., Castellón (2001)].

Una vía atractiva para obtener productos cerámicos con propiedades y prestaciones significativamente mejoradas es el incremento de temperatura de sinterizado en la superficie. Sin embargo, para conseguir tal objetivo es necesario realizar un tratamiento no convencional, donde no se sobrecaliente el volumen del material cerámico cuyo límite de estabilidad integral se establece en el rango de temperaturas previamente mencionado. Cualquier aumento de temperatura de tratamiento de la superficie implica, necesariamente, un cambio tecnológico respecto al aporte de calor, ya que los hornos convencionales calientan uniformemente la pieza para evitar tensiones y las consecuentes deformaciones y/o formación de fisuras que habitualmente degeneran en la desintegración del material mediante múltiples fracturas.

Una de las técnicas más asequibles para la integración en procesos industriales automatizados es el láser que, además, permite el calentamiento selectivo de la superficie de materiales [Laser Applications in Surface Science and Technology, H.-G. Rubahn, Wiley, Chichester (1999)]. El láser se utiliza en muy diversos sectores industriales

que incluyen el de metalurgia [J. de Damborenea, *Surface modification of metals by high power lasers*, Surface & Coatings Technol. **100-101** (1998) 377-382], polímeros [C.-M. Chan, T.-M. Ko, H. Hiraoka, *Polymer surface modification by plasmas and photons*, Surface Science Reports **24** (1996) 1-54], madera [B. H. Zhou, S. M. Mahdavian, *Experimental and theoretical analyses of cutting nonmetallic materials by low power CO2-laser*, J. Materials Processing Technol. **146** (2004) 188-192], cerámica electrónica [W. Pierre, A. Rushton, M. Gill, P. Fox, W. O'Neill, *Femtosecond laser micro-structuring of alumina ceramic*, Appl. Surf. Sci. **248** (2005) 213-217], etc. Esencialmente se utiliza para marcaje, corte, tratamiento superficial y soldadura [K. Sugioka et al, *Advanced materials processing based on interaction of laser beam and a medium*, J. Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, **158** (2003) 171-178; UV laser marking in III-Vs Review **17** (2004) 30; J. Qi, K. L. Wang, Y. M. Zhu, A study on the laser marking process of stainless steel, J. Mater. Processing Technol. **139** (2003) 273-276].

Desde el punto de vista de la presente invención, la aproximación más cercana la comprenden los estudios publicados por los autores, llevados a cabo en su laboratorio sobre el tratamiento de cerámicas eutécticas [A. Larea, G. F. de la Fuente, R. I. Merino, V. M. Orera, *ZrO₂-Al₂O₃ Melt Growth Eutectic plates produced by laser processing*, J. Eur. Ceram. Soc. **22** (2002) 191-198] y sobre superconductores [M. Mora, J. C. Díez, C. I. López-Gascón, E. Martínez, G. de la Fuente, IEEE Trans. Appl. Supercon. **13** (2003) 3188-3191]. No obstante, existen diferencias sustanciales en cuanto a la metodología y los equipos y óptica utilizada en estos casos, frente a lo que aquí se describe. En esencia, el sistema de barrido de haz, así como el montaje óptico y el calentamiento de la pieza suponen la diferencia clave entre ambos.

Aunque estimamos que no afecta a la novedad de la presente invención, queremos destacar aquí dos documentos de patente: la EP 0836405 (prioridad alemana DE 4316829) "Method and arrangement for surface treatment with temperature control, particularly for superficial hardening with laser radiation" y la española ES 2170525 (este último documento es un miembro de la familia de WO 99/18762) "Método para conectar componentes para montaje de superficies a un sustrato". La primera plantea un problema semejante al que se plantea en la presente invención pero en su solución no coincide con la presente más que en el empleo de rayos láser; la segunda utiliza el rayo láser para incrementar la energía aportada por el horno de tratamiento de la pieza, pero la manera de operar es totalmente diferente a la manera que se hace en la presente invención dado la diferencia de los objetivos. WO 99/18762 divulga un método para el tratamiento de la superficie de un material cerámico con las etapas de: calentar un material cerámico en un horno continuo, aplicar un haz laser sobre la superficie del material cerámico, calentar el material antes de aplicar el haz laser, enfriando el material cerámico.

Descripción de los dibujos

Figura 1. Representación esquemática del horno objeto de la presente invención

Figura 2. Esquema del sistema de barrido de una pieza cerámica.

Figura 3. Esquema simplificado del sistema de emisión del láser.

Figura 4. Aumento de la anchura de la zona de barrido al generar el foco de rayo láser una línea quebrada.

Descripción detallada de la invención

Son bien conocidos los dispositivos para conseguir mediante espejos galvanométricos para hacer un barrido superficial con un rayo láser de una superficie determinada. De esta manera podría conseguirse alcanzar en esta superficie temperaturas de varios miles de grados centígrados con los que conseguir distintos fines. Sin embargo, sorprendentemente, se ha encontrado que al aplicar esta técnica a piezas cerámicas y otras similares, aunque se alcanzan las temperaturas deseadas, el resultado es totalmente insatisfactorio debido al agrietamiento de la superficie por las tensiones mecánicas generadas y la rugosidad que se forma en ella.

Igualmente, los hornos como sistemas de calentamiento, tratamiento y transformación de materiales son también conocidos desde hace muchos años. La incorporación de la instrumentación adecuada permite un control y uso de los hornos mucho más eficaz. Sin embargo, en algunos procesos que se realizan en horno se producen modificaciones estructurales y por tanto de propiedades de los materiales que son indeseadas. En otras ocasiones las grandes diferencias físicas, como es el punto de fusión de los materiales hacen imposible la realización de ciertos procesos mediante sólo un horno convencional.

De acuerdo a la invención reivindicada en la reivindicación 1, se propone un método para el tratamiento de la superficie de un material cerámico que comprende las etapas de:

1. Calentamiento de la pieza material cerámico en un horno continuo, a una primera temperatura de calentamiento que es inferior a la temperatura de fusión del material y que es inferior a la temperatura de la superficie del material durante el contacto con el haz laser. De esta manera se evita el agrietamiento.

2. El rayo láser sólo debe tener un movimiento pendular sobre una línea de la pieza. El barrido de la superficie debe conseguirse mediante el avance mecánico de la pieza, perpendicularmente a la línea de barrido. De esta manera se evitan las rugosidades.
3. El barrido debe superar los extremos laterales de la pieza como se muestra en el corte B-B' del dibujo de la figura 2. Así se evitan microgrietas y pequeñas rugosidades.
4. El tipo de generador de rayo láser debe seleccionarse según los materiales que se procesen, para evitar que, debido a la coincidencia de "colores" la energía aportada por el rayo no se absorba sobre la superficie.
5. Enfriar el material cerámico, después de calentar el material cerámico después de aplicar el haz laser, descendiendo gradualmente la temperatura.

En las figuras 1 y 2 se muestra un esquema muy simplificado del dispositivo objeto de la presente invención. En esencia consiste en una bancada **1**, la cual contiene un sistema convencional de transporte de las piezas cerámicas a tratar, **6** (en la figura se representa mediante un transportador de rodillos, **3**) que son introducidos, a través de la apertura **2**, en un horno convencional **4**. Este presenta la particularidad de disponer, en su parte superior, una entrada **5** (con una cierta inclinación con la horizontal) para dejar pasar el rayo láser a través de ella e incidir (como se muestra más claramente en el alzado de la figura 2) sobre la pieza cerámica a tratar **6**. La inclinación del dispositivo de entrada **5**, tiene por objeto que la radiación del horno (que se encuentra a una temperatura del orden de los 500 °C) y, sobre todo la de la pieza **6** (aún más caliente que el horno), salga apreciablemente al exterior.

En la figura 2 se muestran las partes esenciales de la presente invención, que incluye un dibujo de la planta y los dos cortes transversales (A-A' y B-B') para indicar como, mediante un sistema generador de rayo láser y el correspondiente deflector se forma como un abanico que genera una línea "caliente" en la superficie del objeto cerámico, *sobrepasando* los límites laterales de la superficie de la pieza cerámica **6**, línea que se va desplazando hacia atrás conforme avanza dicha pieza arrastrada por los rodillos **3** o sistema de tracción equivalente.

El recinto **4** está calentado por resistencias eléctricas o combustión de gas o fuel, y está aislado térmicamente para mejorar la eficiencia energética. Este recinto se divide en diferentes zonas, con controles de temperatura independientes para conseguir alcanzar valores deseados, tanto de calentamiento como de enfriamiento.

Dicho recinto dispone, como queda dicho, de las aperturas adecuadas para la introducción del haz láser, así como de un sistema de movimiento que desplaza la pieza para su tratamiento. La velocidad de desplazamiento puede variarse y se regula adecuadamente en función de los materiales utilizados y procesos emprendidos.

Sistema generador de radiación láser y su deflector. Aunque individualmente este sistema se basa en una unidad comercial, su descripción y adaptación al conjunto del invento es necesaria por formar parte esencial del conjunto. El sistema comprende:

- La *cavidad de generación y emisión de radiación*. Ésta puede ser de varios tipos que emiten en diferentes radiaciones, desde la radiación ultravioleta hasta el infrarrojo. Las más habituales son las correspondientes a un láser de CO₂, en torno a las 10,6 μm, y a los láseres de diodos y de Nd en sus diferentes variedades, y que abarcan longitudes de onda entre las 0,8 μm y 1,1 μm.
- La *manipulación de haz emitido*. Para conseguir el barrido lineal de la pieza, fundamental en la presente invención, dicho barrido, puede hacerse por un sistema de galvanómetros o por una serie de combinaciones de lentes para conseguir dar forma al haz e incidir de la manera adecuada al tipo de proceso, material tratado y láser empleado.

En la figura 3 se muestra en un esquema muy simplificado una de las maneras que puede adaptarse para este fin. Hay que dejar constancia que, para mayor claridad, no se ha mantenido escala alguna.

La fuente láser **7**, emite la radiación elegida (marcada como línea de trazos) que incide sobre el primer espejo **8** del conjunto; este espejo puede permanecer fijo o realizar un movimiento de oscilación sobre el eje AB, mediante un sistema galvanométrico, para provocar el desplazamiento del haz sobre un segundo espejo **9**, análogo al anterior, que hace incidir el haz sobre la lente **10**, que, a su vez focaliza el haz sobre la pieza **6** en la que se lleva a cabo el proceso. El espejo **9**, al oscilar sobre su eje CD, hace que el foco recorra el segmento EF de la recta de puntos y trazos **11**, segmento de longitud ligeramente superior a la anchura de la pieza **6**. El calentamiento producido por el barrido del haz, hace que en la superficie de la pieza **6** pueda crearse una franja **12** de material fundido (o tratado térmicamente si este era el objeto). De esta forma, al combinarse el barrido del haz con el desplazamiento de la pieza **6**, toda su superficie queda sometida al tratamiento térmico deseado.

Como se ha dicho, opcionalmente, el espejo **8** puede también oscilar sobre su eje AB de forma que al combinarse las dos oscilaciones, en lugar de la recta **11** de la figura 3 (y dibujo superior de la figura 4), el barrido del foco del haz genera una línea quebrada, **13**, como la que se indica en la figura 4 (dibujo inferior), lo que se traduce en un aumento de la anchura de la zona **12** tratada térmicamente.

Cuando el presente invento se aplica al tratamiento de piezas de tamaño grande, el haz que alcanza los extremos laterales de la pieza, por su mayor alejamiento del centro óptico, aporta menor densidad de energía, solucionándose esto con la colocación de una lente de campo plano.

5 Sistema de control. Todo el sistema incluye programas informáticos para el control de la intensidad, tiempo de emisión, paro y movimientos de la radiación necesarios, que pasamos a describir:

Una vez inicializado el sistema el primer grupo de operación consiste en *configurar los parámetros generales*. Estos parámetros generales son:

- 10
- Área de trabajo, se introducen los valores de dos dimensiones, y
 - Distancia focal, es decir la distancia de las lentes a la pieza de trabajo.

A continuación se selecciona el *tipo de movimiento del haz*.

15 El software (comercial) permite para ello diferentes posibilidades; se puede utilizar, por ejemplo el *modo vectorial*, en el que el haz va trazando una línea continua.

Finalmente se configuran los *parámetros de potencia*.

20 En esta etapa se da valor a los siguientes parámetros:

- El valor de los ciclos de trabajo (duty cycle). Este valor es el porcentaje de tiempo de emisión – paro del haz para cada pulso.
- Frecuencia de trabajo, este valor es el número de veces que se emite – apaga el haz en un segundo.
- Velocidad del haz, es el valor en m/min de la velocidad del haz.

25 Recogidos estos parámetros, se guardan en un fichero y se da la orden de inicio de ciclo.

Ejemplo

30 A continuación se describe un tratamiento típico en horno láser, correspondiente al de un material cerámico de interés industrial. Una pieza compuesta por un soporte de pasta roja engobado y serigrafiado se introduce en el horno láser en la zona de precalentamiento. El soporte de la pieza lo componen rodillos en movimiento, que imponen una velocidad de pieza inferior a 8 m/h a través de las diversas zonas del horno.

35 El horno es de tipo convencional con movimiento lineal de la pieza y con resistencias eléctricas de calentamiento; concretamente para este ensayo se ha utilizado un horno eléctrico de marca Nannetti®, modelo ER-20. El movimiento lineal se obtiene con una sucesión de rodillos (realizados en materiales adecuados a las temperaturas de trabajo del horno) que son arrastrados por un sistema mecánico convencional de moto-reductor-piñones-cadena. El horno, está dividido en cuatro zonas en las que se controla la temperatura, desde la temperatura ambiente hasta la máxima exigida (que podría ser de 1300 °C), con la finalidad de garantizar el valor correcto de ésta para cada tratamiento. Este control se realiza con termopares y controladores programados mediante los que se indica y fija, para cada zona, el valor de la temperatura para el proceso de calentamiento y enfriamiento.

45 En su parte superior la caja del horno tiene una entrada (con una cierta inclinación con la horizontal) para dejar pasar el rayo láser a través de ella e incidir sobre la pieza a tratar.

50 Las temperaturas de las zonas de calentamiento y enfriamiento se controlan independientemente para simular un ciclo en horno industrial. En la zona de calentamiento se introduce el rayo láser, como queda dicho, a través de una ranura horizontal realizada en la parte superior de dicho horno. Este rayo láser actúa realizando un barrido sobre la pieza a medida que ésta avanza por dicha zona. La pieza sigue el ciclo marcado por el horno, moviéndose a velocidad constante, con curvas de calentamiento y enfriamiento determinadas por las temperaturas impuestas en las diferentes zonas del horno y por la velocidad de traslación de la pieza en su interior. La temperatura de la zona caliente para la pieza de este ejemplo es de aproximadamente 600 °C, y el resultado del proceso es indistinguible del obtenido en el procedimiento convencional en una instalación industrial en el que, sin utilizar el láser habría de alcanzarse una temperatura de 1300 °C. En este caso particular, la ventaja del proceso está en la temperatura del

55 horno, es inferior en varios cientos de grados a la que se emplea en el proceso industrial, con el consecuente ahorro energético y la disminución sustancial de las emisiones de anhídrido carbónico generadas por el proceso de combustión utilizado para calentar dichos hornos. Las dimensiones de la pieza son de aproximadamente 10 cm de ancho por 20 cm de largo y 8 mm de espesor.

60 El sistema utilizado es un generador láser de CO₂ de una potencia de 300 W excitado por radiofrecuencia. Este láser está equipado con un sistema de galvanómetros de la marca Scanlab® con su tarjeta de interfase RTC 3 PC.

REIVINDICACIONES

1.- Método para el tratamiento de la superficie de un material cerámico que comprende las siguientes etapas:

- 5
- calentar dicho material cerámico (6) en un horno continuo,
 - aplicar un haz laser sobre la superficie del material cerámico (6) de manera pendular sobre una línea de barrido perpendicular a la dirección de avance del material cerámico (6) en el horno continuo,
 - calentar el material, antes y después de aplicar dicho haz laser, a una primera temperatura de calentamiento que es inferior a la temperatura de fusión del material y que es inferior a la temperatura de la superficie del material durante el contacto con el haz laser, y
 - enfriar el material cerámico (6), después de calentar el material cerámico después de aplicar el haz laser, descendiendo gradualmente la temperatura,
 - donde la etapa de aplicar el haz laser sobre la superficie del material cerámico (6) de manera pendular sobre la línea de barrido se lleva a cabo sobrepasando los lados de dicho material cerámico (6).
- 10
- 15

2.- Método para el tratamiento de la superficie de un material cerámico (6), según reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el material cerámico (6) en un horno continuo comprende una etapa de introducción del material cerámico (6) a través de una abertura (2) que es llevada a cabo por medio de un transportador de rodillos configurado para transportar el material cerámico (6) a ser tratado a través del horno continuo.

20

3.- Método para el tratamiento de la superficie de un material cerámico (6), según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque la etapa de aplicar un haz laser sobre la superficie del material cerámico (6) de manera pendular sobre la línea de barrido se lleva a cabo por medio de una entrada horizontal en la parte superior del horno.

25

4.- Método para el tratamiento de la superficie de un material cerámico (6), según reivindicación 3, caracterizado porque la porque la etapa de aplicar un haz laser sobre la superficie del material cerámico (6) de manera pendular sobre la línea de barrido por medio de una entrada superior (5) se lleva a cabo con una inclinación con la horizontal para permitir que el haz laser pase a través de la entrada (5) y caiga sobre el material cerámico (6) a ser tratado.

30

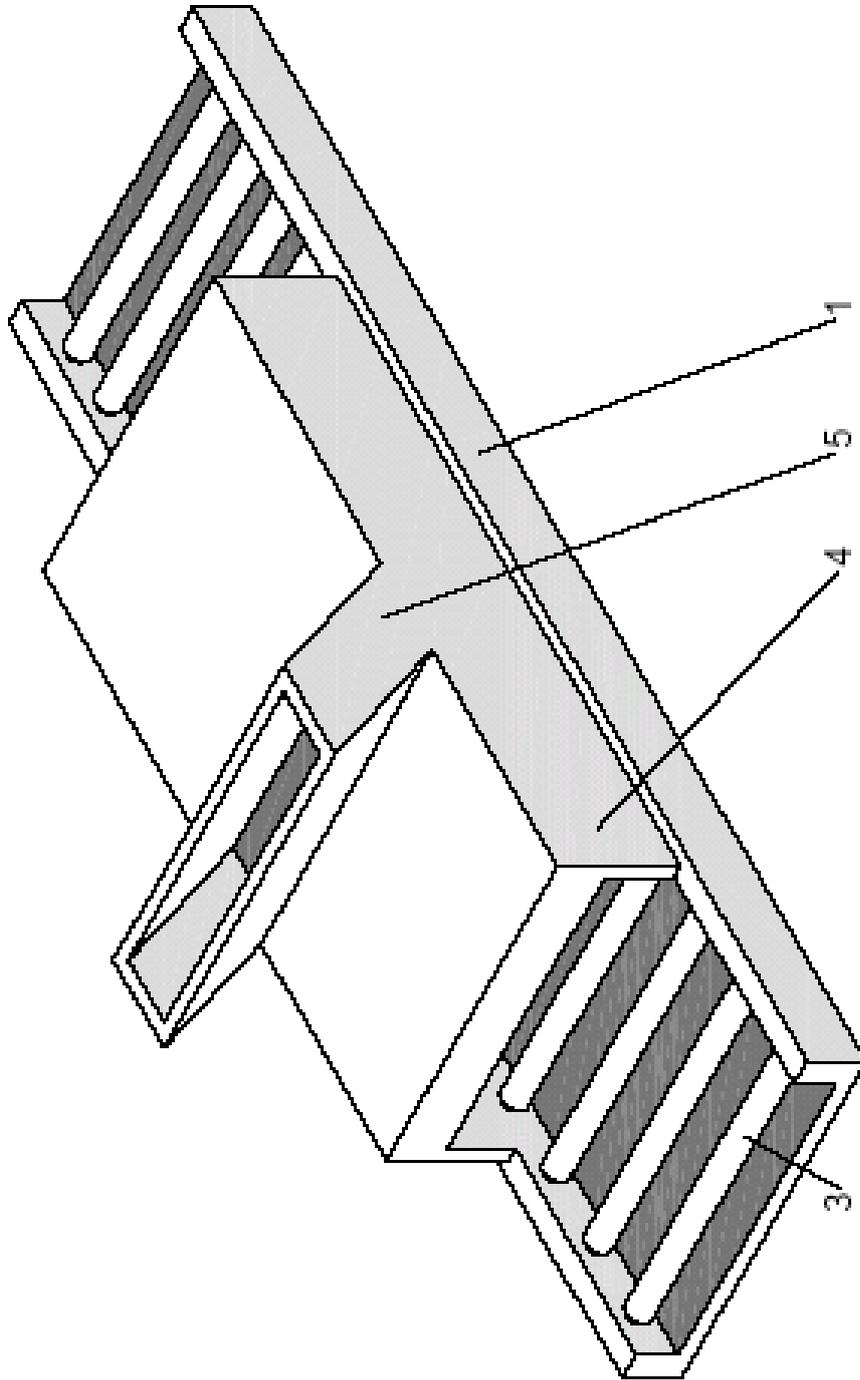


Figura 1

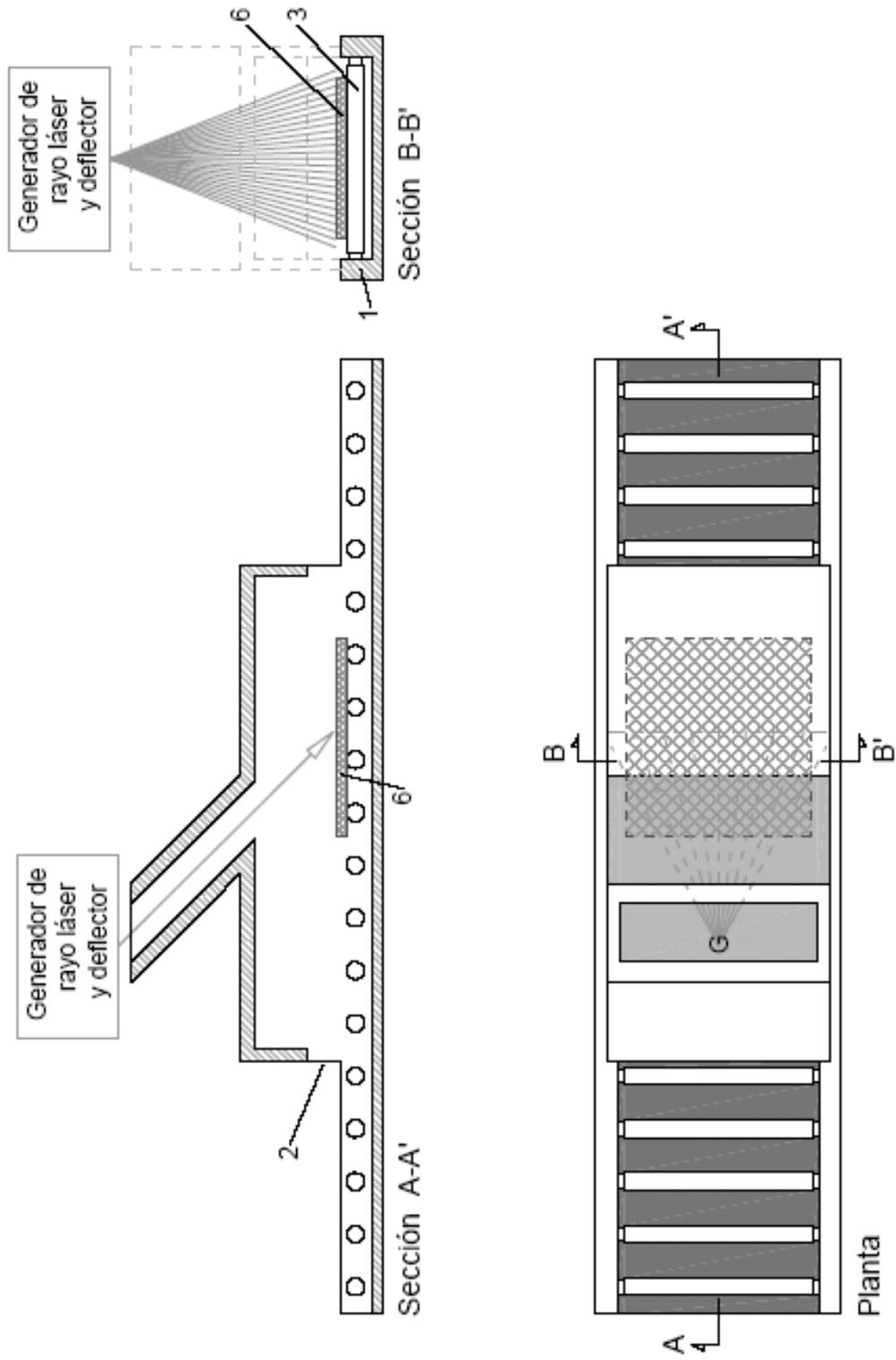


Figura 2

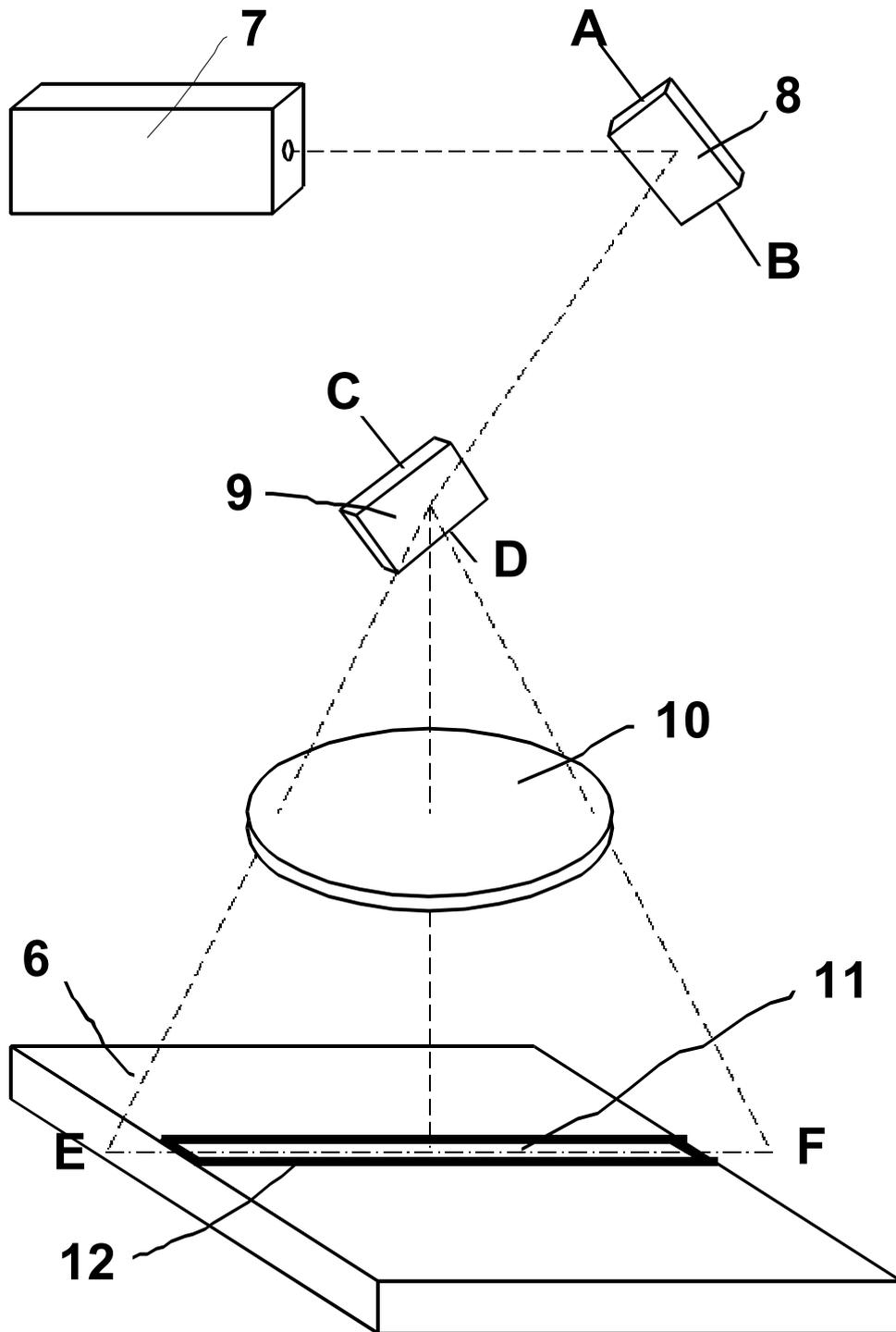


Figura 3

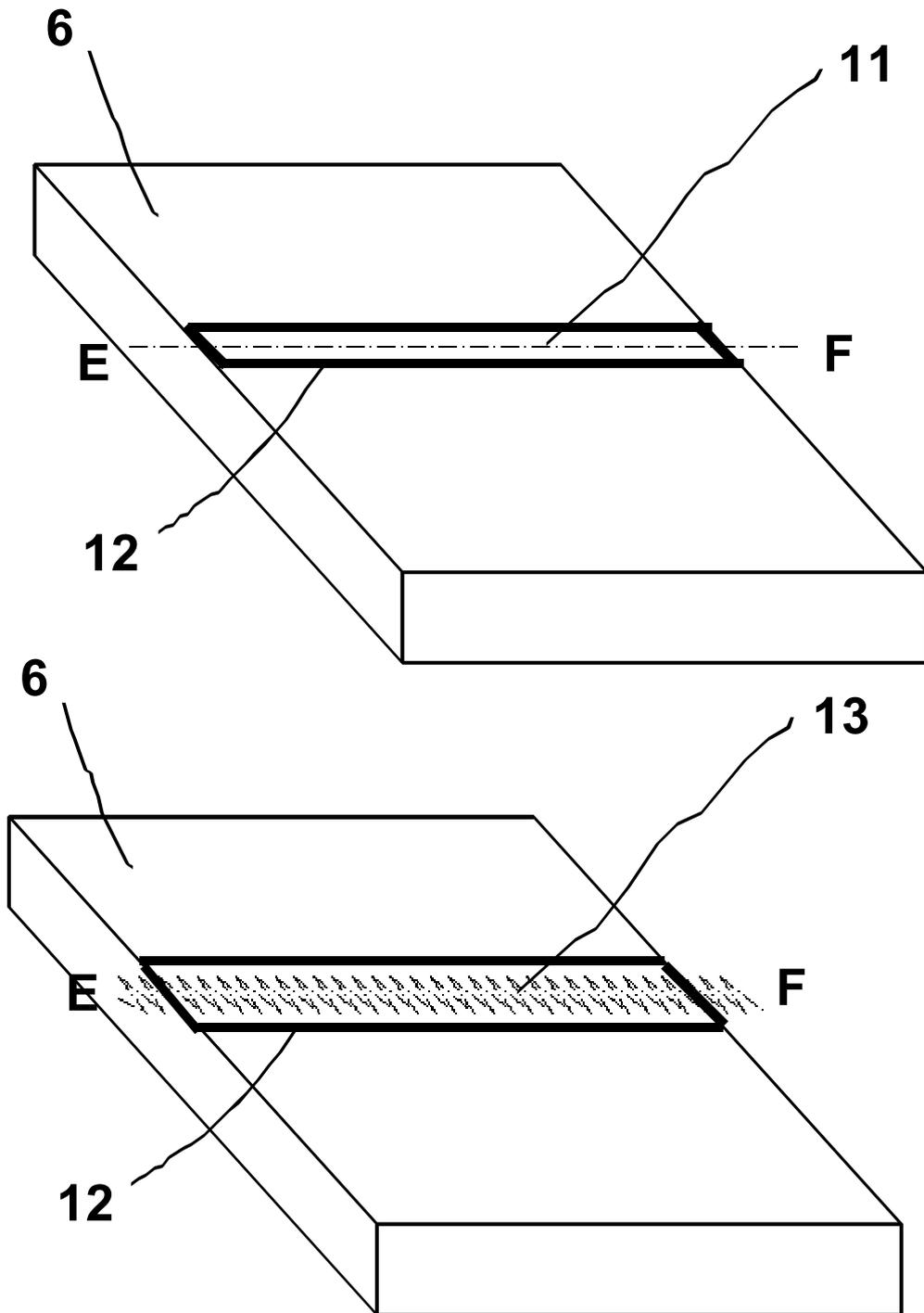


Figura 4