

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 923 772**

51 Int. Cl.:

B22F 9/08 (2006.01)

G01N 33/00 (2006.01)

G01N 1/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.05.2017 PCT/EP2017/025124**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.11.2017 WO17194206**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.05.2017 E 17723012 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.06.2022 EP 3455017**

54 Título: **Procedimiento para la producción y codificación de polvo metálico**

30 Prioridad:

13.05.2016 EP 16001092

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

30.09.2022

73 Titular/es:

**LINDE GMBH (100.0%)
Dr.-Carl-von-Linde-Straße 6-14
82049 Pullach, DE**

72 Inventor/es:

**SCHOLZ, JÜRGEN;
MIKLOS, ERNST y
FIERET, JIM**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 923 772 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 la producción y codificación de polvo metálico

5 Descripción

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción y codificación de polvo metálico.

10 Existen numerosos procedimientos para producir polvo metálico. Entre ellos se encuentran la trituración mecánica de metal sólido, la precipitación a partir de soluciones salinas, la descomposición térmica de un compuesto químico, la reducción de un compuesto químico, normalmente del óxido en fase sólida, la deposición electrolítica y la atomización de metal líquido. Los tres últimos procedimientos son los más utilizados en la práctica para la producción de polvo metálico.

15 En la atomización, el metal fundido se rompe en pequeñas gotas y se solidifica rápidamente antes de que las gotas fundidas entren en contacto entre sí o con una superficie sólida. El principio de este procedimiento se basa en la división de un fino chorro de metal líquido por una corriente de gas o líquido que incide a gran velocidad. El aire, el nitrógeno y el argón son los gases más utilizados; el agua es el principal líquido empleado.

20 También se utilizan cada vez más otros procedimientos de división de la masa fundida, como la atomización centrífuga, en la que las gotas de masa fundida son impulsadas fuera de una fuente giratoria.

25 Mientras que la atomización con agua se utiliza sobre todo para la producción de polvos de hierro, acero, cobre y aleaciones de cobre, la atomización de aluminio y zinc se realiza principalmente con aire, y la de cobre, parcialmente con aire.

30 Para la atomización con aire comprimido, en primer lugar se crea una masa fundida del metal o la aleación que se va a atomizar y se sobrecalienta de manera correspondiente. Esta masa fundida sobrecalentada suele pasar por un segundo crisol más pequeño o por un embudo de vertido, donde forma un chorro de masa fundida que cae verticalmente a través de una estructura de boquilla. El chorro de masa fundida se atomiza con un gas (gas portador) y las gotas resultantes se solidifican en movimiento en una cámara de atomización. En la cámara de atomización y/o en instalaciones de purificación de gases aguas abajo (ciclones, filtros), el polvo metálico se separa del gas portador.

35 En la obtención industrial de polvo de acero por atomización con agua, se prefieren las coladas de acero de bajo contenido en carbono producidas en el procedimiento LD. Otra forma de obtener polvo de acero es utilizar chatarra clasificada y fundirla en un horno de arco eléctrico.

40 Los polvos de alta pureza de aceros especiales, superaleaciones y otros materiales de alta aleación o sensibles a la oxidación pueden producirse ventajosamente por atomización con gas inerte. Este procedimiento produce polvos mayoritariamente esféricos que apenas son adecuados para el prensado mecánico convencional de piezas moldeadas, pero excelentes para el procesamiento por prensado isostático y el moldeo por inyección de polvo.

45 A gran escala, el procedimiento ASEA-STORA se utiliza a menudo para la atomización de coladas de acero rápido. Utilizando gas inerte purificado, como, por ejemplo, N₂ y Ar, y trabajando en un sistema cerrado, se pueden producir polvos con unas 100 ppm de oxígeno. Para aumentar la velocidad de enfriamiento de las gotas de metal, la cámara de atomización se enfría desde el exterior y se utiliza una base refrigerada por agua para recoger los polvos.

50 Otro procedimiento consiste en la atomización con gases en una boquilla Laval según NANOVAL. Para la creación de polvos metálicos esféricos puros a partir de metales reactivos como el titanio o el circonio, son ventajosos los procedimientos que no permiten que el metal fundido entre en contacto con el material del crisol de cerámica, ya que esto podría provocar la oxidación de la masa fundida y posiblemente la destrucción del crisol. Por lo tanto, el metal reactivo se funde por inducción o mediante plasma en un crisol de cobre enfriado. Entre el crisol de cobre y la masa fundida se forma una fina capa solidificada del metal que se va a atomizar, que impide de manera eficaz una reacción de la masa fundida con el material del crisol.

55 Otra posibilidad de atomización de metales sin cerámica, especialmente adecuada para materiales reactivos y que se utiliza, por ejemplo, en la producción de polvo de titanio, es el procedimiento ELGA. En este procedimiento, el metal o la aleación que se va a atomizar se introducen verticalmente como electrodo en forma de varilla en una bobina de inducción con forma de anillo, donde se funde en la superficie. Para garantizar una fusión uniforme, la varilla se somete a un movimiento de rotación durante el procedimiento. La masa fundida así producida gotea finalmente en caída libre a través de una boquilla anular, donde se atomiza y se solidifica. A continuación, el polvo se separa en un recipiente de atomización.

65 La atomización por plasma también se utiliza para la producción de polvos esféricos puros de titanio y aleaciones de titanio. Un hilo de aproximadamente 3 mm de diámetro de la aleación que se va a atomizar se introduce en una

disposición de tres antorchas de plasma, donde se funde y atomiza en una sola etapa. La pureza del material de partida, la ausencia de material de crisol y la masa fundida bajo una atmósfera inerte dan como resultado un producto final de máxima pureza.

5 La división de las masas fundidas en vacío, que en principio es algo que puede asociarse también a la atomización, es posible con la ayuda de gases nobles o de hidrógeno. La masa fundida, enriquecida con el gas y sometida a presión, se presiona hacia el interior de una cámara puesta a vacío en un chorro fino. La expansión del gas disuelto en la masa fundida rompe esta en finas gotas.

10 Los polvos metálicos suelen someterse a un tratamiento de recocido tras su producción. Una reducción de los polvos es necesaria, por ejemplo, si las partículas de polvo se han oxidado más o menos superficialmente como resultado de un almacenamiento prolongado o desfavorable (aumento de la humedad y la temperatura). La reducción se realiza en hornos convencionales que también se utilizan para la sinterización. Las atmósferas de reducción más utilizadas son el hidrógeno puro y el gas amoníaco de descomposición.

15 El documento US 2014/0373679 A1 describe un procedimiento para atomizar una aleación fundida, en donde las partículas atomizadas se exponen durante la atomización a un primer y un segundo gas reactivo que reaccionan con las partículas para formar una capa superficial protectora sobre ellas.

20 El documento JP 2013 040074 A describe un procedimiento para producir un polvo de Al_2O_3 . Para ello, el aluminio se calienta en una atmósfera que, además del isótopo de oxígeno 16 habitual, contiene también los isótopos de oxígeno 17 o 18.

25 Un problema generalizado en la producción de materiales de partida es que actualmente no es posible distinguir con facilidad y fiabilidad los materiales de partida, como, por ejemplo, el polvo metálico, (y, por tanto, tampoco los elementos constructivos fabricados con ellos) de las falsificaciones o copias baratas. Generalmente es difícil determinar si un material de partida o un elemento constructivo ha sido producido por el fabricante original (Original Equipment Manufacture [OEM]) o si un material de partida o un elemento constructivo es una copia producida por un tercero, dado que apenas pueden diferenciarse entre sí por su apariencia. Sin embargo, pueden existir diferencias cualitativas considerables (resistencia, elasticidad, dureza, porosidad, ductilidad, etc.).

30 En particular, resulta problemático que, por ejemplo, la fabricación generativa permita imitar o falsificar de manera sencilla elementos constructivos sin altos costes de desarrollo o de producción ni complejos procedimientos de producción en un número de piezas pequeño.

35 En la industria existe la necesidad de identificar de manera inequívoca los materiales de partida para poder aclarar la cuestión de la responsabilidad, especialmente en caso de siniestros.

40 Las posibilidades existentes para codificar un elemento constructivo por medio de estampación o grabado están limitadas en cuanto a la geometría o la funcionalidad del elemento constructivo. Por ejemplo, el grabado de superficies por medio de láser es solo útil económicamente si está integrado en el proceso de producción. Además, requiere una colocación especial del rayo láser en cuanto a su ángulo con respecto al elemento constructivo. Las denominadas pinturas de ADN (DNA-painting) pueden retirarse fácilmente. Además es conocido identificar elementos constructivos por medio de procedimientos de radiofrecuencia. Sin embargo, esta tecnología es muy cara y, en particular, es difícil y

45 costoso aplicarla a elementos constructivos individuales. Por lo tanto, los fabricantes marcan generalmente un dispositivo completo o una máquina en un único sitio y no cada elemento constructivo de esta máquina. Por lo tanto, un marcado de este tipo de una máquina completa no protege frente a falsificaciones cuando se montan por ejemplo piezas de repuesto en esta máquina.

50 Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento sencillo, seguro y fiable para codificar materiales de partida, en particular, polvo metálico, en la medida de lo posible sin etapas de trabajo adicionales.

Este objetivo se consigue mediante las reivindicaciones independientes. Configuraciones ventajosas están indicadas en las reivindicaciones dependientes.

55 Según la invención, está previsto un procedimiento para codificar polvo metálico. Este comprende las siguientes etapas:

proporcionar una masa fundida,

60 formar un chorro de masa fundida,

atomizar el chorro de masa fundida mediante un fluido de atomización, y

formar partículas de polvo metálico a partir del chorro de masa fundida.

65

El procedimiento se caracteriza por el hecho de que durante la atomización se añade un componente de codificación gaseoso a la masa fundida y/o al fluido de atomización de tal manera que pueda detectarse el uso del componente de codificación en el polvo metálico, en donde el componente de codificación gaseoso comprende uno o más isótopos de al menos un gas y la proporción del al menos un isótopo está modificada con respecto a la proporción naturalmente presente de este isótopo en el gas.

Por medio del procedimiento según la invención es posible codificar de manera segura y fiable un polvo metálico de manera sencilla y económica.

En particular, resulta ventajoso que para codificar el polvo metálico no es necesaria ninguna etapa de fabricación adicional. La codificación se consigue aplicando un componente de codificación a la masa fundida durante la atomización. Si este componente de codificación gaseoso es químicamente activo, experimenta una reacción con el metal y el producto de reacción (por ejemplo un óxido, nitruro, carburo) se incrusta en la estructura metálica. Sin embargo, también moléculas de codificación que no reaccionan (porque, por ejemplo, la temperatura local es demasiado baja) pueden quedar atrapadas en los pequeños espacios intermedios de la estructura granular. Este mecanismo también funciona con gases inertes. Estos pueden permanecer atrapados en el elemento constructivo en su estado original.

El componente de codificación puede detectarse en el polvo metálico y/o en el elemento constructivo, por ejemplo, por medio de procedimientos de análisis químico o por medio de un espectrómetro de masas. Esto puede tener lugar en un laboratorio o con aparatos portátiles.

Una ventaja adicional consiste en que, durante la producción del polvo metálico, los parámetros de producción no tienen que modificarse ni adaptarse debido a la codificación.

Además resulta ventajoso que la codificación no requiera ninguna etapa de producción adicional.

Además, es posible registrar la información de codificación.

Por registro puede entenderse el almacenamiento de los datos relacionados con el polvo en formato electrónico o la impresión de la información en un certificado, por ejemplo, también en formato legible por máquina.

El registro de información de codificación puede comprender, por ejemplo, almacenar información de codificación en una base de datos, en un chip, etc.

Debido a que la información de codificación se registra y/o se almacena en una base de datos, se graba o registra exactamente qué componente de codificación se introdujo en el polvo metálico.

Así, la información de codificación puede contener información sobre el tipo y la composición del componente de codificación.

Gracias a la información de codificación, puede determinarse en un momento posterior de manera sencilla, en concreto, examinando el polvo metálico, si se trata o no de un elemento constructivo original.

Una codificación de este tipo es prácticamente segura frente a falsificaciones, dado que la información de codificación no se encuentra disponible para un falsificador potencial y no es visible desde el exterior.

Por lo tanto, a partir de la información de codificación puede detectarse el polvo metálico en cuanto a su componente de codificación, por ejemplo, por medio de un procedimiento de análisis químico o por medio de un espectrómetro de masas.

En el contexto de la presente invención, se entiende que la producción de polvo metálico es un procedimiento tal como, por ejemplo, la atomización.

En la atomización, el metal fundido se rompe en pequeñas gotas y se solidifica rápidamente antes de que las gotas fundidas entren en contacto entre sí o con una superficie sólida. El principio de este procedimiento se basa en la división de un fino chorro de metal líquido mediante una corriente de un fluido de atomización que incide a gran velocidad, como una corriente de gas o de líquido, por ejemplo.

El fluido de atomización gaseoso puede ser aire, nitrógeno y argón. El fluido de atomización líquido puede ser, en particular, agua. Preferiblemente se utiliza un fluido de atomización gaseoso.

A este respecto, se hace referencia a los procedimientos de atomización con gas, agua o fuerza centrífuga mencionados en la introducción de la descripción.

El fluido de atomización gaseoso puede comprender un gas inerte, como, por ejemplo, argón, helio, neón, criptón, xenón, radón o un gas activo, como, por ejemplo, O₂, CO₂, H₂ y N₂, o también mezclas de los mismos.

Una mezcla del fluido de atomización gaseoso y del componente de codificación se denominará en adelante gas de atomización.

- 5 Como componente de codificación que puede mezclarse con un fluido de atomización gaseoso correspondiente, o usarse también en forma pura, está previsto preferiblemente dióxido de carbono oxígeno 18 ($C^{18}O_2$), dióxido de carbono carbono 13 ($^{13}CO_2$), monóxido de carbono carbono 13 (^{13}CO), deuterio (D_2), nitrógeno 15 ($^{15}N_2$) y oxígeno 18 ($^{18}O_2$).

- 10 El componente de codificación comprende uno o varios isótopos de un gas, preferiblemente del medio de atomización, en donde la proporción de un isótopo está modificada con respecto a la proporción natural de los isótopos en el gas. Esto significa que la relación de los isótopos está modificada con respecto a la relación presente naturalmente. Por ejemplo, en el caso del nitrógeno, la relación de ^{15}N (frecuencia = 99,634) con respecto a ^{14}N (frecuencia = 0,366) está modificada de tal manera que la proporción de ^{15}N se ha elevado y la proporción de ^{14}N se ha reducido, o a la inversa. Por ejemplo, en el caso del carbono, la relación de ^{12}C (frecuencia = 98,9) con respecto a ^{13}C (frecuencia = 1,1) está modificada de tal manera que la proporción de ^{13}C se ha elevado y la proporción de ^{12}C se ha reducido, o a la inversa. 15 Por ejemplo, en el caso del hidrógeno, la relación de H (frecuencia = 98,9885) con respecto a 2H (frecuencia = 0,0115) puede modificarse de tal manera que la proporción de 2H se haya elevado y la proporción de H se haya reducido, o a la inversa.

- 20 Puede estar previsto, por ejemplo, que la frecuencia de los isótopos con respecto a la frecuencia naturalmente presente esté elevada o reducida en alrededor del o en más del 0,5 % o 1,0 % o 1,5 % o 2,5 % o 5,0 % o 10,0 % o 25 % o 50,0 % o 75 % o 100 % o 150 % o 200 % o 500 % o 1000 %.

- 25 Como isótopos están previstos preferiblemente nitrógeno 15 y nitrógeno 14 y/o carbono 12, carbono 13 y/o carbono 14 y/o también, por ejemplo, oxígeno-16 y/o oxígeno 18. Además puede estar previsto también argón -36, -38, -39, -40. El argón es inerte y no reacciona con el material; sin embargo, dado que en particular en los procedimientos de lecho de polvo no se consigue una densidad de elemento constructivo del 100 %, es posible prever inclusiones gaseosas para la codificación.

- 30 En principio es concebible también el uso isótopos de hidrógeno 2 o hidrógeno 3 así como helio 3 y helio 4.

- Para prever codificaciones más complejas, el componente de codificación puede contener también dos o más isótopos distintos. En consecuencia, el componente de codificación puede comprender uno o varios isótopos del gas de proceso distintos de los naturalmente presentes. Por ejemplo pueden combinarse isótopos de oxígeno con isótopos de nitrógeno o también isótopos de C en el CO_2 con isótopos de H en H_2 . 35

- El componente de codificación puede comprender también, además de los isótopos, elementos de aleación gaseosos, en donde la proporción del elemento de aleación gaseoso se selecciona preferiblemente de tal manera que el elemento de aleación gaseoso modifica las propiedades materiales del polvo metálico solo de forma no significativa. 40

- El depósito de los elementos de aleación gaseosos en el polvo metálico es de tal magnitud que los elementos de aleación pueden detectarse en el polvo metálico, y, preferiblemente, incluso en el elemento constructivo acabado, por ejemplo, mediante procedimientos de análisis metalúrgico y/o químico y/o de resonancia magnética. 45

Un dispositivo para producir y codificar polvo metálico comprende:

un equipo para proporcionar una masa fundida,

- 50 un equipo de boquilla para atomizar la masa fundida mediante un fluido de atomización,

una cámara de atomización para formar partículas de polvo metálico a partir de la masa fundida atomizada mediante un fluido de atomización,

- 55 en donde está previsto un equipo de alimentación de componente de codificación que añade un componente de codificación a la masa fundida atomizada y/o al fluido de atomización de tal manera que pueda detectarse el uso del componente de codificación en el polvo metálico, en donde el componente de codificación gaseoso comprende preferiblemente uno o más isótopos de al menos un gas y la proporción del al menos un isótopo está modificada con respecto a la proporción naturalmente presente de dicho isótopo en el gas.

- 60 Además puede estar prevista una base de datos para almacenar información de codificación.

- Además, el equipo de alimentación de componente de codificación puede comprender una cámara de mezclado para mezclar el componente de codificación con el fluido de atomización, en donde un componente de codificación o un gas de proceso o una mezcla de gas de proceso y componente de codificación puede alimentarse desde la cámara de mezclado al elemento constructivo al menos en determinadas zonas. En consecuencia, la cámara de mezclado presenta una 65

primera entrada para alimentar un gas de proceso y una segunda entrada para alimentar un componente de codificación o una segunda entrada para alimentar un gas de proceso que contiene un componente de codificación y una salida que está unida con una boquilla. Una cámara de mezclado externa de este tipo es ventajosa dado que pueden ampliarse con ello instalaciones o dispositivos existentes de tal manera que sea posible una codificación de un elemento constructivo.

5 El equipo de alimentación de componente de codificación también puede incluir al menos una boquilla para introducir el componente de codificación o un gas que contenga el componente de codificación en la cámara de atomización.

10 El equipo de boquilla también puede presentar dos entradas, una para alimentar el fluido de atomización gaseoso y otra para alimentar un componente de codificación o un gas que contenga un componente de codificación (premezcla) desde correspondientes recipientes de reserva.

15 El fluido de atomización gaseoso está configurado o compuesto de tal manera que pueda garantizar las propiedades químicamente metalúrgicas deseadas del polvo metálico y, además, permita una clara identificación o codificación. Por lo tanto, han de proporcionarse fluidos de atomización gaseosos con el componente de codificación apropiado. El componente de codificación puede proporcionarse, por lo tanto, también como premezcla desde un recipiente de reserva de gas, que contiene tanto gas de proceso como una proporción apropiada de componente de codificación. Este recipiente de reserva de gas que contiene la premezcla constituye entonces el equipo de alimentación de componente de

20 codificación.

El equipo de alimentación de componente de codificación puede ser, por lo tanto, la cámara de mezclado, el recipiente de reserva de premezcla o el recipiente de reserva que contiene el componente de codificación, en su caso, con boquillas apropiadas.

25 La adición del componente de codificación puede controlarse con un equipo de control. Este equipo de control puede comprender un equipo de regulación de componente de codificación con un circuito de regulación cerrado que regula la adición. El equipo de regulación de componente de codificación detecta por medio de un sensor un valor real de uno o varios flujos volumétricos en la cámara de atomización y/o en una boquilla de atomización y/o en la cámara de atomización y/o en la cámara de mezclado y/o en una cámara de fluido de atomización, lo compara con un valor teórico predeterminado de uno o varios flujos volumétricos y, a través de un elemento de ajuste, se ajusta entonces el valor teórico predeterminado.

30 Por flujo volumétrico o flujos se entienden los valores de los flujos de gas correspondientes que se alimentan desde el equipo de alimentación de componente de codificación a la cámara de atomización y/o al equipo de atomización.

35 Un gas de codificación para codificar polvo metálico comprende un gas de atomización y contiene un componente de codificación, en donde el componente de codificación gaseoso comprende uno o más isótopos de al menos un gas y la proporción del al menos un isótopo está modificada con respecto a la proporción naturalmente presente de dicho isótopo en el gas.

40 Mediante el uso de este gas de codificación es posible un marcado o una identificación clara posterior de un polvo metálico e incluso de un elemento constructivo. El componente de codificación del gas de codificación se introduce en el polvo metálico durante la producción o en el elemento constructivo al procesar el polvo metálico y, por lo tanto, pasa a formar parte del polvo metálico y del elemento constructivo producido con él.

45 El gas de atomización puede comprender un gas inerte, como, por ejemplo, argón, helio, neón, criptón, xenón o radón y/o un gas activo, como, por ejemplo, O₂, CO₂, H₂ y N₂ o también mezclas de los mismos.

50 El componente de codificación puede comprender preferiblemente dióxido de carbono oxígeno 18 (C¹⁸O₂), dióxido de carbono carbono 13 (¹³CO₂), monóxido de carbono carbono 13 (¹³CO), deuterio (D₂), nitrógeno 15 (¹⁵N₂) y oxígeno 18 (¹⁸O₂) o también mezclas de los mismos.

55 La frecuencia del isótopo puede estar elevada o reducida con respecto a la frecuencia naturalmente presente en aproximadamente alrededor del 0,5 % o alrededor del 1,0 % o alrededor del 1,5 % o alrededor del 2,5 % o alrededor del 5,0 % o alrededor del 10,0 % o alrededor del 25 % o alrededor del 50,0 % o alrededor del 75 % o alrededor del 100 % o alrededor del 150 % o alrededor del 200 % o alrededor del 500 % o alrededor del 1000 %.

60 En la siguiente tabla se indican ejemplos de especificaciones concretas para el aumento o la reducción de las relaciones isotópicas.

Tipo de codificación					
	Elemento	Tipo del isótopo que se usa para	Concentración naturalmente	Moléculas posibles	Intervalo de la dosificación de isótopos a un gas de base

		enriquecer un gas de base para prever una codificación	presente de los isótopos		
Isótopos inertes para el depósito en microporosidades de un elemento constructivo	Ar	³⁶ Ar	³⁶ Ar: 0,337 % ³⁸ Ar: 0,063 % ⁴⁰ Ar: 99,6 %	N/A	Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural
	He	³ He	³ He: 0,000137 % Resto: ⁴ He	N/A	Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural
	H	² H	² H: 0,012 % Resto: ¹ H	² H ₂ ² H ¹ H N ² H ₃	² H ₂ : Entre 1 ppm y 10 ppm ² H ¹ H: Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural N ² H ₃ : Entre 1 ppm y 10 ppm
	Kr	⁷⁸ Kr ⁸² Kr ⁸⁴ Kr ⁸⁶ Kr	⁷⁸ Kr: 0,35 % ⁸⁰ Kr: 2,25 % ⁸² Kr: 11,6 % ⁸³ Kr: 11,5 % ⁸⁴ Kr: 17,3 % ⁸⁶ Kr: 17,3 %	N/A	⁷⁸ Kr y ⁸² Kr: Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural. Otros: Entre 1001 veces y 1,1 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,99 veces la proporción natural
	Ne	²⁰ Ne ²¹ Ne ²² Ne	²⁰ Ne: 90,48 % ²¹ Ne: 0,27 % ²² Ne: 9,25 %	N/A	²¹ Ne y ²² Ne: Entre 1001 veces y 1,1 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,99 veces la proporción natural
	Xe	¹²⁴ Xe ¹²⁹ Xe ¹³¹ Xe ¹³² Xe ¹³⁴ Xe ¹³⁶ Xe	¹²⁴ Xe: 0,095 % ¹²⁶ Xe: 0,089 % ¹²⁸ Xe: 1,91 % ¹²⁹ Xe: 26,4 % ¹³⁰ Xe: 4,07 % ¹³¹ Xe: 21,2 % ¹³² Xe: 26,9 % ¹³⁴ Xe: 10,4 % ¹³⁶ Xe: 8,86 %	N/A	¹²⁴ Xe, ¹²⁹ Xe: Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural. Otros: Entre 1001 veces y 1,1 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,99 veces la proporción natural
Isótopos reactivos que forman compuestos adecuados para la codificación con el material del elemento constructivo	C	¹² C ¹³ C	¹² C: 98,8 % ¹³ C: 1,1 %	¹² CO ¹³ CO ¹³ CO ₂	¹³ CO, ¹³ CO ₂ : Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural
	O	¹⁷ O ¹⁸ O	¹⁶ O: 99,76 % ¹⁷ O: 0,039 % ¹⁸ O: 0,201 %	¹⁸ O ₂ ¹⁷ O ₂ C ¹⁸ O ₂	¹⁷ O ₂ , ¹⁸ O ₂ , C ¹⁸ O ₂ : Entre 1,1 veces y 10 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,9 veces la proporción natural de los dos isótopos de oxígeno.
	N	¹⁵ N	¹⁴ N: 99,634 % ¹⁵ N: 0,366 %	¹⁵ N ₂ ¹⁵ NH ₃	¹⁵ N ₂ , ¹⁵ NH ₃ : Entre 1,01 veces y 1,1 veces la proporción naturalmente presente del isótopo o menor o igual a 0,99 veces la proporción natural del isótopo ¹⁵ N.

El componente de codificación puede contener al menos un isótopo de un gas activo, que reacciona con el material del polvo metálico que va a producirse de tal manera que permanece en el polvo metálico.

- 5 El componente de codificación puede comprender al menos un isótopo de un gas inerte, en donde el isótopo se deposita en el polvo metálico.

El componente de codificación puede contener varios isótopos diferentes (isótopos de distintos gases) en relaciones predeterminadas, formando los distintos isótopos la codificación en el elemento constructivo.

Los isótopos pueden ser isótopos del gas que constituye el componente principal del gas de atomización.

Los isótopos pueden ser también isótopos que no están presentes en el gas de proceso.

Los isótopos de nitrógeno ^{15}N pueden comportarse en ocasiones de manera inerte y en ocasiones de manera reactiva en función del elemento de aleación, la temperatura, la concentración y/o el tiempo de reacción.

Los isótopos de hidrógeno pueden estar depositados también en estado gaseoso en microporosidades, reaccionar con oxígeno atómico O_2 y disolverse, o pueden formar hidruros metálicos por medio de adsorción sobre superficies metálicas y permanecer en el elemento constructivo.

Los isótopos de carbono ^{12}C y ^{13}C se proporcionan en forma de dióxido de carbono que se separa después en el procedimiento.

Algunos isótopos de H, N, CO pueden añadirse al procedimiento como parte de un compuesto químico tal como, por ejemplo: C^{18} , O_2 , $^{13}\text{CO}_2$, N^2H_3 y $^{15}\text{NH}_3$.

Los isótopos mezclados pueden formarse a partir de gases que son inocuos desde el punto de vista metalúrgico y no afectan a las propiedades del material.

El componente de codificación puede comprender un elemento de aleación gaseoso, en donde la proporción del elemento de aleación gaseoso se selecciona preferiblemente de tal manera que el elemento de aleación gaseoso modifica las propiedades materiales del elemento constructivo solo de forma no significativa.

El gas de codificación puede estar previsto para codificar el polvo metálico durante su producción según el procedimiento descrito anteriormente. El polvo metálico codificado se utiliza entonces, por ejemplo, en la fabricación generativa de elementos constructivos (también conocida como “fabricación aditiva” o “impresión 3D”).

La invención se explicará a continuación con más detalle haciendo referencia a las figuras. Estas muestran:

Figura 1 una representación en sección lateral, esquemática, de un dispositivo para producir y codificar polvo metálico, y

Figura 2 una representación en sección lateral, esquemática, de un equipo de boquilla del dispositivo de la Figura 1.

A continuación se describe un dispositivo para la codificación de polvo metálico por medio de en un dispositivo 1 de producción de polvo metálico por atomización (Figura 1).

Este dispositivo 1 comprende un crisol 2 para proporcionar una masa fundida de metal.

Además, el dispositivo 1 comprende un embudo 3 de vertido que puede llenarse de masa fundida mediante el crisol 2. El embudo 3 de vertido está provisto de un revestimiento cerámico.

Un canal 4 de salida del embudo 3 de vertido desemboca en un equipo 4 de boquilla.

El equipo 4 de boquilla comprende centralmente una abertura 5 de paso a través de la cual puede pasar un chorro de masa fundida formado por el canal 4 de salida del embudo 3 de vertido.

La abertura 5 de paso está rodeada por una cámara 6 de fluido de atomización con forma de anillo circular para recibir y distribuir un fluido de atomización. La cámara 6 de fluido de atomización desemboca en un intersticio anular 7 dispuesto concéntricamente a la abertura 5 de paso. El intersticio anular 7 forma una boquilla de atomización para crear gotas de masa fundida a partir del chorro de masa fundida.

Además, está previsto un equipo 8 de alimentación de fluido de atomización, por medio del cual la cámara 6 de fluido de atomización puede cargarse con un fluido de atomización.

El equipo 8 de alimentación de fluido de atomización presenta un recipiente 9 de reserva de fluido de atomización, en donde el recipiente 9 de reserva de fluido de atomización está conectado a la cámara 6 de fluido de atomización a través de una sección 10 de conducto.

Además, está previsto un equipo 11 de alimentación de componente de codificación. El equipo 11 de alimentación de componente de codificación comprende un recipiente 12 de reserva de componente de codificación. El

recipiente 12 de reserva de componente de codificación está conectado a la cámara 6 de fluido de atomización a través de una sección 13 de conducto.

En el recipiente 12 de reserva de componente de codificación se almacena un gas de codificación o un componente de codificación gaseoso.

Como alternativa puede estar prevista una cámara de mezclado (no representada). La cámara de mezclado presenta una entrada para alimentar fluido de atomización desde el recipiente 9 de reserva de fluido de atomización y una entrada para alimentar componentes de codificación desde el recipiente 12 de reserva de componente de codificación para el componente de codificación.

El fluido de atomización y el componente de codificación o un gas de codificación pueden proporcionarse también como premezcla desde un recipiente de reserva de gas (no representado), que contiene tanto fluido de atomización como una proporción apropiada de componente de codificación. Este recipiente de reserva de gas que contiene la premezcla constituye entonces el equipo de alimentación de componente de codificación y está directamente conectado a la cámara 6 de fluido de atomización, de manera adicional al recipiente de reserva para el fluido de atomización, o a la cámara de mezclado.

Tanto la abertura 5 de paso como la boquilla 7 de atomización del equipo de boquilla desembocan en una cámara 8 de atomización para atomizar las gotitas de masa fundida en partículas de polvo.

Además está previsto un equipo de control (no representado) para controlar la adición del componente de codificación. El equipo de control comprende un equipo de regulación de componente de codificación con un circuito de regulación cerrado que regula la adición. El equipo de regulación de componente de codificación puede comprender un regulador P, un regulador I, un regulador D y combinaciones de los mismos, tal como por ejemplo un regulador PID. El equipo de regulación de componente de codificación detecta por medio de un sensor un valor real de uno o varios flujos volumétricos en la cámara de fluido de atomización y/o en la cámara de atomización y/o en la cámara de mezclado, lo compara con un valor teórico predeterminado de uno o varios flujos volumétricos y, a través de un elemento de ajuste, se ajusta entonces el valor teórico predeterminado.

A continuación se describe un procedimiento según la invención para la codificación de polvo metálico.

En el crisol 2, primero se acumula y se sobrecalienta una masa fundida de un metal o aleación que se va a atomizar.

A continuación, la masa fundida sobrecalentada se introduce en el embudo 3 de vertido y forma en su canal 4 de salida un chorro de masa fundida, que pasa verticalmente por la abertura 5 de paso del equipo 4 de boquilla.

Este chorro de masa fundida se atomiza y codifica a través de la boquilla 7 de atomización del equipo 4 de boquilla en la cámara 14 de atomización mediante el medio de atomización y el componente de codificación. Las gotitas resultantes se solidifican en movimiento en la cámara 14 de atomización.

Además, puede estar prevista la separación del polvo metálico del fluido de atomización, ya sea en la cámara 14 de atomización y/o en instalaciones de purificación de gases posteriores (ciclones, filtros).

En una etapa siguiente puede analizarse el polvo metálico con ayuda de un equipo de detección, como, por ejemplo, un espectrómetro de masas (cromatógrafo de gases), y comprobar así la codificación o la originalidad del polvo metálico. Es posible un análisis por medio de resonancia magnética o también procedimientos de análisis químico.

Mediante el componente de codificación, el polvo metálico obtiene una firma isotópica única.

La información de codificación se almacena en una base de datos.

Por lo tanto, por medio del procedimiento según la invención es posible codificar un polvo metálico y detectar a continuación esta codificación.

El gas de codificación comprende, por ejemplo, el medio de atomización y el componente de codificación de tal manera que la proporción de isótopos de nitrógeno-15 y nitrógeno-14 está modificada con respecto a la proporción natural de isótopos de nitrógeno-15 y nitrógeno-14 o su relación. Por ejemplo, en el caso del nitrógeno, la relación de ^{15}N (frecuencia = 99,634) con respecto a ^{14}N (frecuencia = 0,366) está modificada de tal manera que la proporción de ^{15}N se ha elevado y la proporción de ^{14}N se ha reducido (o a la inversa).

Según la invención, los isótopos usados pueden ser isótopos del fluido de atomización, es decir, que, por ejemplo, con el uso de nitrógeno como fluido de atomización, la relación de isótopos de nitrógeno-15 con respecto a isótopos de nitrógeno-14 está modificada. Por ejemplo, puede estar previsto también dióxido de carbono, que contiene isótopos de carbono-12, carbono-13 y carbono-14.

Pueden emplearse isótopos inertes, en principio, independientemente del material, dado que la incrustación en las microporosidades es un proceso puramente mecánico.

5 Sin embargo, también es posible añadir al fluido de atomización como componente de codificación otros isótopos de otro gas junto con una proporción de este otro gas.

10 Según un ejemplo de realización adicional del procedimiento según la invención, como componente de codificación está previsto adicionalmente un elemento de aleación gaseoso. En este sentido puede estar previsto, por ejemplo, usar un gas inerte, tal como argón, como gas de proceso, que contiene una baja proporción de entre 1 ppm y 10.000 ppm de nitrógeno-15 como componente de codificación. El material de partida metálico contiene titanio. En consecuencia, en la producción del elemento constructivo tridimensional, una pequeña proporción del titanio reacciona con el nitrógeno-15 y forma nitruro-15 de titanio. Este no puede diferenciarse del nitruro-14 de titanio en sus propiedades químicas y físicas y, por lo tanto, esto no puede detectarse mediante procedimientos de análisis químico. Sin embargo es posible analizar el elemento constructivo con un espectrómetro de masas. A este respecto se determina entonces que el elemento constructivo se produjo bajo una atmósfera de nitrógeno con una proporción elevada de nitrógeno-15.

Lista de referencias:

- | | |
|----|--|
| 1 | Dispositivo |
| 2 | Crisol |
| 3 | Embudo de vertido |
| 4 | Equipo de boquilla |
| 5 | Abertura de paso |
| 6 | Cámara de fluido de atomización |
| 7 | Boquilla de atomización |
| 8 | Equipo de alimentación de fluido de atomización |
| 9 | Recipiente de reserva de fluido de atomización |
| 10 | Sección de conducto |
| 11 | Equipo de alimentación de componente de codificación |
| 12 | Recipiente de reserva de componente de codificación |
| 13 | Sección de conducto |
| 14 | Cámara de atomización |
| 15 | Canal de salida |

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción y codificación de polvo metálico que comprende las siguientes etapas:

proporcionar una masa fundida,
 formar un chorro de masa fundida,
 atomizar el chorro de masa fundida mediante un fluido de atomización,
 formar partículas de polvo metálico a partir del chorro de masa fundida,
caracterizado por que

durante la atomización se añade un componente de codificación gaseoso a la masa fundida y/o al fluido de atomización de tal manera que pueda detectarse el uso del componente de codificación en el polvo metálico, en donde el componente de codificación gaseoso comprende uno o más isótopos de al menos un gas y la proporción del al menos un isótopo está modificada con respecto a la proporción naturalmente presente de este isótopo en el gas.

2. Procedimiento según la reivindicación 1,

caracterizado por que

la información sobre el tipo de componentes de codificación y su composición se almacena en una base de datos.

3. Procedimiento según la reivindicación 2,

caracterizado por que

el polvo metálico se detecta con respecto a su componente de codificación sobre la base de la información almacenada, por ejemplo, mediante procedimientos de análisis químico o mediante un espectrómetro de masas.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3,

caracterizado por que

el fluido de atomización comprende un gas inerte, como, por ejemplo, argón, helio, neón, criptón, xenón o radón o un gas activo, como, por ejemplo, O_2 , CO_2 , H_2 y N_2 o también mezclas de los mismos, y el componente de codificación comprende dióxido de carbono oxígeno 18 ($C^{18}O_2$), dióxido de carbono carbono 13 ($^{13}CO_2$), monóxido de carbono carbono 13 (^{13}CO), deuterio (D_2), nitrógeno 15 ($^{15}N_2$) y oxígeno 18 ($^{18}O_2$) o también mezclas de los mismos.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4,

caracterizado por que

el componente de codificación gaseoso comprende preferiblemente uno o más isótopos de al menos un gas y la proporción del al menos un isótopo está modificada en comparación con la proporción naturalmente presente de este isótopo en el gas, en donde la frecuencia del isótopo con respecto a la frecuencia naturalmente presente está aumentada o reducida en más del 0,5 % o en más del 1,0 % o en más del 1,5 % o en más del 2,5 % o en más del 5,0 % o en más del 10,0 % o en más del 25 % o en más del 50 % o en más del 75 % o en más del 100 % o en más del 150 % o en más del 200 % o en más del 500 % o en más del 1000 %.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5,

caracterizado por que

el componente de codificación contiene al menos un isótopo de un gas activo que reacciona con las partículas de polvo del polvo metálico de manera que permanece en las partículas de polvo del polvo metálico **y/o por que** el componente de codificación comprende al menos un isótopo de un gas inerte, en donde el isótopo se deposita en las partículas de polvo del polvo metálico.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6,

caracterizado por que

el componente de codificación comprende uno o más isótopos del fluido de atomización y/o de otro gas, en donde la proporción de un isótopo con respecto a la proporción natural de los isótopos en el fluido de atomización, es decir, su relación, está modificada, de modo que el componente de codificación contiene varios isótopos diferentes en relaciones predeterminadas, en donde los diferentes isótopos forman la codificación en el elemento constructivo.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7,

caracterizado por que

los isótopos son isótopos del gas que forma el componente principal del fluido de atomización y/o **por que** los isótopos son diferentes de los isótopos del fluido de atomización.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8,

caracterizado por que

el componente de codificación comprende un elemento de aleación gaseoso, en donde la proporción del elemento de aleación gaseoso se selecciona de tal manera que el elemento de aleación gaseoso modifica las propiedades materiales del elemento constructivo solo de forma no significativa.

- 5 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el componente de codificación gaseoso contiene elementos de aleación gaseosos.

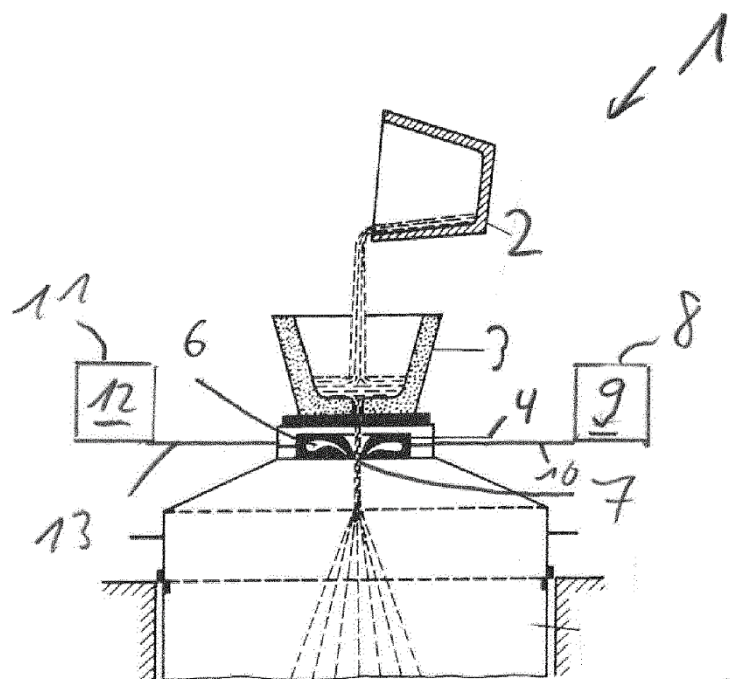


Fig. 1

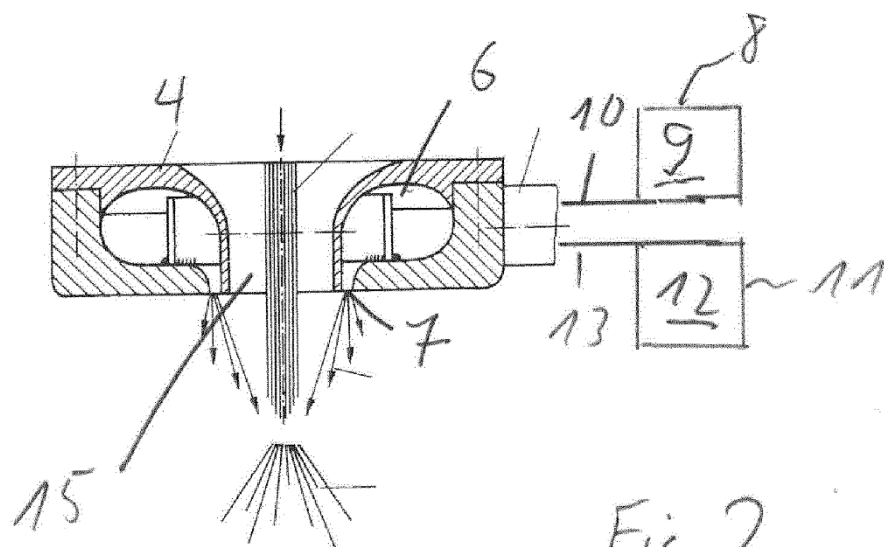


Fig. 2