

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 688**

51 Int. Cl.:

C22C 1/10 (2006.01)

C22C 29/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.04.2012** **E 12163181 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.07.2017** **EP 2647731**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de cuerpos de carburo cementado**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
23.11.2017

73 Titular/es:

SANDVIK INTELLECTUAL PROPERTY AB
(100.0%)
811 81 Sandviken, SE

72 Inventor/es:

CARPENTER, MICHAEL y
SMITH, JANE

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 643 688 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 de fabricación de cuerpos de carburo cementado

La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de un cuerpo de carburo cementado en el que la materia prima de WC es un cristal simple y tiene una morfología angular o esférica. Las materias primas se someten a una operación de mezclado sin molienda utilizando un mezclador acústico.

Antecedentes

Los componentes del carburo cementado son muy conocidos en aplicaciones tales como mecanizado de metales, como por ejemplo piezas de desgaste, en aplicaciones de minería, etc. La materia prima del carburo cementado en polvo, normalmente WC y cobalto, utilizada para fabricar cuerpos sinterizados, como p.ej., herramientas cortantes, piezas de desgaste, etc. suelen fabricarse formando primero una suspensión espesa por molienda de los constituyentes en polvo combinados, un aglutinante orgánico (p.ej., polietilen glicol) y un líquido de molienda, o bien en un molino de bolas o bien en un molino triturador, durante varias horas. A continuación, se suele someter la suspensión espesa a una operación de secado por pulverización para formar polvos de Co-WC granulados que se pueden utilizar para prensar las piezas verdes que se sinterizan posteriormente.

El principal fin de la operación de molienda es obtener una buena distribución de la fase aglutinante y una buena humectabilidad entre los granos del constituyente duro y el polvo de la fase aglutinante y, en algunos casos, para desaglomerar los cristales de WC. Una buena distribución de la fase aglutinante y una buena humectabilidad son esenciales para conseguir un carburo cementado de alta calidad. Si la distribución de fases o la humectabilidad son insuficientes, se formarán poros y grietas en el cuerpo sinterizado acabado, algo que será perjudicial para el material. Sin embargo, obtener una buena distribución de la fase aglutinante y humectabilidad es muy difícil para este tipo de materiales y requiere un enorme aporte de energía, es decir, períodos de molienda bastante prolongados, normalmente 10-40 horas, dependiendo del tipo de molino utilizado y/o la calidad producida. Para conseguir calidades del tamaño del grano más gruesas, el período de molienda es relativamente bajo para reducir al mínimo la rotura del cristal de WC al mismo tiempo que se trata de asegurar una buena distribución del aglutinante.

Los molinos de bolas y los molinos trituradores proporcionan ambos un buen mezclado homogéneo de los constituyentes en polvo, el metal aglutinante en polvo y el aglutinante orgánico. Estos procedimientos suponen un gran aporte de energía que puede solventar la fricción estática y las fuerzas de unión que se requieren para obtener una buena distribución de la fase aglutinante y una buena humectabilidad. Sin embargo, dichos molinos someterán el polvo a una operación de molienda. De manera que, tanto los polvos que constituyen la parte dura como los polvos del metal aglutinante se triturarán parcialmente formándose así una fracción fina. Dicha fracción fina puede causar un crecimiento descontrolado del grano durante la posterior sinterización. De manera que es posible que la molienda destruya la distribución del tamaño del grano de una materia prima de tamaño reducido.

El WC en polvo fabricado convencional utilizado para carburo cementado se caracteriza por estar bastante aglomerado y tener diferentes formas e intervalos de grano. La falta de uniformidad del WC en polvo tiene como resultado la heterogeneidad del W en polvo producido por reducción y esto puede reducirse aún más durante la posterior etapa de carburización. Asimismo, durante la sinterización cualquier aglomerado de WC puede formar granos de carburo sinterizado más grandes y contener una mayor frecuencia de límites sigma 2, es decir, granos de carburo juntos sin capa de cobalto. La materia prima de WC de cristal simple que tiene una morfología angular o esférica se suele fabricar por carburización a alta temperatura y después de haber desaglomerado el metal W.

La materia prima de WC de cristal simple que tiene una morfología angular o esférica y una distribución limitada, se utiliza generalmente en aplicaciones que requieren una relación superior de tenacidad: dureza, p.ej., en aplicaciones de minería. En dichas aplicaciones, es importante conservar la distribución limitada del tamaño de grano y la morfología en la mayor medida de lo posible. Para reducir al mínimo el período de molienda, se ha combinado la etapa de molienda con otros procedimientos para obtener un buen mezclado entre WC y cobalto.

Uno de ellos es el procedimiento sol-gel descrito en la patente europea EP752921. Dichos procedimientos son bastante complicados y costosos y, de hecho, requieren además una etapa de molienda.

Los mezcladores acústicos resonantes son conocidos dentro de la técnica, véase, p.ej., los documentos WO2008/088321 y US 7.188.993. Dichos mezcladores utilizan energía sonora de baja frecuencia y alta intensidad para el mezclado. En la patente europea EP0682577B1 se presentan ejemplos de carburos cementados, sin embargo no se desvela ningún procedimiento en el que se empleen las ondas acústicas para combinar la mezcla en polvo.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para poder mantener el tamaño del grano, la distribución y la morfología del material sinterizado, sin dejar de conseguir un buen mezclado.

Para conseguir este objeto, la invención proporciona un procedimiento tal como se define en las reivindicaciones adjuntas.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 muestra la distribución del tamaño de grano comparando la invención y la muestra comparativa 2 de los Ejemplos 1 y 2.

Fig. 2 muestra un histograma en el que se muestra la distribución del tamaño del grano comparando la invención 2 y 1 la muestra comparativa 1 de los ejemplos 1 y 2.

Fig. 3 muestra una micrografía LOM de la invención 1 según el ejemplo 1.

Fig. 4 muestra una micrografía LOM de la muestra comparativa 2 del ejemplo 3.

Descripción detallada

Un procedimiento de fabricación de un cuerpo de carburo cementado que comprende las etapas de:

- formar una mezcla en polvo que comprende materia prima de WC en polvo y una fase aglutinante de metal en polvo, en la que la materia prima de WC es un cristal simple y en el que los granos de WC tras la sinterización tienen una morfología esférica o angular;
- someter dicha mezcla en polvo a una operación de mezclado utilizando un mezclador sin contacto, en el que se utilizan las ondas acústicas que alcanzan estados de resonancia para formar una mezcla en polvo mixta;
- someter dicha mezcla en polvo mixta a una operación de prensado y sinterización.

La materia prima de WC es convenientemente un cristal simple de WC que tiene una morfología esférica o angular. Estos tipos de WC se fabrican normalmente por carburización a una alta temperatura y después de ser desaglomerados.

La determinación real de la forma del cristal de WC, es decir, esférico o angular, se suele realizar seleccionando en primer lugar la materia prima correcta, es decir, un WC en polvo fabricado por desaglomeración de metal de tungsteno angular o esférico en polvo seguido de carburización a alta temperatura para mantener el tamaño de partícula redondo y mantener el carácter monocristalino del carburo de tungsteno en polvo. Normalmente, se examina la materia prima de WC en polvo en un microscopio electrónico de barrido para determinar si el polvo es un cristal simple o está aglomerado y qué morfología o forma tienen los granos. A continuación, se confirma la forma con mediciones tras la sinterización.

En el presente documento esférico significa que los granos tienen una forma "redonda" y no la definición matemática exacta de esférico.

WC "esférico" se refiere en el presente documento a la morfología del grano tal como se mide después de la sinterización. Esto se puede analizar utilizando una micrografía de un gran número de granos y midiendo la relación entre el diámetro del círculo más grande que se puede inscribir dentro de la dimensión del grano, d_1 , y el diámetro para el círculo más pequeño en el que encaja la dimensión del grano, d_2 . A continuación, se determina la relación de Riley según la siguiente ecuación:

$$\psi = \sqrt{\frac{d_1}{d_2}}$$

Una esfera tiene una relación de Riley de 1, mientras que en la técnica, se considera que los granos "redondos" tienen una relación por debajo de 1,3.

En una realización de la presente invención, los granos de WC son esféricos después de la sinterización y convenientemente tienen una relación de Riley por debajo de 1,5 preferentemente entre 1,2 y 1,5.

WC angular significa en el presente documento que el WC tiene una forma de prisma trigonal truncado. Los granos de WC angulares tienen convenientemente una relación de Riley por encima de 1,5.

La materia prima de WC tiene convenientemente un tamaño del grano promedio (FSSS) comprendido entre 0,2 y 30 μm , preferentemente de 1 a 8 μm , más preferentemente de 2 a 4 μm siendo sobre todo preferente de 2,5 a 3,0 μm .

La cantidad de WC añadida está comprendida convenientemente entre 70 y 97 % en peso, preferentemente entre 83 y 97 % en peso, más preferentemente entre 85 y 95 % en peso.

El metal aglutinante en polvo puede ser un polvo de un solo metal aglutinante, o una mezcla en polvo de dos o más metales, o un polvo de una aleación de dos o más metales. Los metales aglutinantes se seleccionan entre Cr, Mo, Fe, Co o Ni, preferentemente entre Co, Cr o Ni. El tamaño del grano del metal aglutinante en polvo añadido está comprendido convenientemente entre 0,5 y 3 μm , preferentemente entre 0,5 y 1,5 μm . La cantidad de fase aglutinante está comprendida convenientemente entre 3 y 30 % en peso, preferentemente entre 3 y 17 % en peso, más preferentemente entre 5 y 15 % en peso.

En una realización de la presente invención el carburo cementado es adecuado para aplicaciones de minería, la cantidad de fase aglutinante está comprendida convenientemente entre 5 y 7 % en peso y el WC tiene convenientemente un tamaño del grano promedio comprendido entre 2 y 3 μm .

5 En otra realización de la presente invención el carburo cementado es adecuado para otra aplicación de minería, la cantidad de fase aglutinante está comprendida convenientemente entre 7 y 12 % en peso y el WC tiene convenientemente un tamaño del grano promedio comprendido entre 1 y 3 μm .

10 El carburo cementado puede comprender además constituyentes duros seleccionados entre boruros, carburos, nitruros o carbonitruros de metales de los grupos 4, 5 o 6 de la tabla periódica, preferentemente tungsteno, titanio, tántalo, niobio, cromo y vanadio. El tamaño del grano de los constituyentes duros puede tener un tamaño medio por debajo de 1 μm y hasta 8 μm , dependiendo del tipo de aplicación.

15 Opcionalmente, se añade también un aglutinante orgánico a la mezcla en polvo para facilitar la granulación durante la siguiente operación de secado por pulverización y/o también para que funcione como agente de prensado para cualquier operación de prensado o sinterización posterior. El aglutinante orgánico puede ser cualquier aglutinante utilizado generalmente en la técnica. El aglutinante orgánico puede ser, p.ej., parafina, polietilén glicol (PEG), ácidos grasos de cadena larga, etc. La cantidad de aglutinante orgánico está comprendida convenientemente entre 15 y 25 % en volumen sobre la base del volumen total del polvo seco, la cantidad del aglutinante orgánico no está incluida en el volumen total del polvo seco. El aglutinante orgánico se puede añadir antes o después de la etapa de mezclado.

20 El mezclado de la materia prima en polvo se lleva a cabo utilizando un mezclador sin contacto, en el que las ondas acústicas alcanzan estados de resonancia, preferentemente en un aparato mezclador acústico resonante. Los mezcladores acústicos son conocidos en la técnica, véase, p.ej. los documentos WO2008/088321 y US 7.188.993. Dichos mezcladores utilizan energía sonora de baja frecuencia y alta intensidad para el mezclado. Una resonancia mecánica, también denominada vibración natural, o auto-oscilación, es un fenómeno general de un sistema de vibración en el que la amplitud de la vibración se amplifica significativamente a una frecuencia de resonancia. A una
25 frecuencia de resonancia incluso una débil fuerza motriz aplicada al sistema puede proporcionar una gran amplitud, y por tanto, una alta eficiencia de mezclado del sistema.

Una ventaja con el procedimiento de acuerdo con la presente invención es el corto período de tratamiento (tiempo de mezclado) para conseguir homogeneidad de la mezcla y que no se inducen daños mecánicos, fracturas o tensiones, o muy pocas, en los cristales de WC. Asimismo, incluir este procedimiento en el sistema proporciona la
30 ventaja de que el consumo de energía es bajo. Por lo tanto, con el procedimiento de mezclado acústico no se produce ningún cambio en el tamaño del grano o la distribución del constituyente duro en polvo.

En una realización de la presente invención, las vibraciones son vibraciones acústicas. Las ondas acústicas se utilizan para poner el sistema en un estado resonante. Las frecuencias acústicas se consideran dentro del intervalo de 20-20.000 Hz. En otra realización de la presente invención, las vibraciones tienen una frecuencia de 20-80 Hz, preferentemente 50-70 Hz.
35

En una realización de la presente invención, el mezclado se realiza sin ningún líquido de mezclado, es decir, mezclado en seco. En una realización, el aglutinante orgánico se puede añadir después en un disolvente, preferentemente etanol o una mezcla de etanol, para formar una suspensión espesa tras el mezclado pero antes del secado.

40 En otra realización de la presente invención, se añade un líquido de mezclado a la mezcla en polvo para formar una suspensión espesa antes de la operación de mezclado. Se puede emplear cualquier líquido utilizado generalmente como líquido de molienda en la fabricación convencional de carburo cementado. El líquido de molienda es preferentemente agua, alcohol o un disolvente orgánico, más preferentemente agua o una mezcla de agua y alcohol, siendo sobre todo preferente, una mezcla de agua y etanol. Asimismo, se pueden añadir otros compuestos
45 conocidos comúnmente en la técnica a la suspensión espesa, p.ej., agentes de dispersión, agentes de floculación, ajustadores del pH, etc.

Dado que el secado de la suspensión espesa requiere energía, la cantidad de líquido se deberá reducir al mínimo para mantener los costes reducidos. Sin embargo, se puede añadir suficiente líquido según sea necesario para conseguir una suspensión espesa que se pueda bombear y evitar el atasco del sistema. Las propiedades del
50 sistema de suspensión espesa dependen del contenido en sólidos y líquido.

El secado de la suspensión espesa se lleva a cabo preferentemente de acuerdo con técnicas conocidas, en particular, secado por pulverización. Se atomiza la suspensión espesa que contienen los materiales en polvo con el líquido orgánico y posiblemente el aglutinante orgánico a través de una tobera apropiada en la torre de secado, en la que se secan instantáneamente las gotas pequeñas con una corriente de gas caliente, por ejemplo, en una corriente
55 de nitrógeno, para formar gránulos aglomerados. La formación de los gránulos es necesaria en particular para la introducción automática de las herramientas de compactación utilizadas en la siguiente etapa. Para experimentos a pequeña escala, se pueden utilizar otros procedimientos de secado, como secado en bandeja.

A continuación, se forman los cuerpos verdes a partir del polvo/granulado mixto. Se puede aplicar cualquier tipo de operación de conformado conocida en la técnica, p.ej., moldeo por inyección, extrusión, prensado uniaxial, prensado multiaxial etc. Si se utiliza moldeo por inyección o extrusión, se añadirán además aglutinantes orgánicos adicionales a la mezcla en polvo.

- 5 A continuación, se sinterizan los cuerpos verdes conformados a partir del polvo/granulado fabricado según la presente invención, de acuerdo con los procedimientos convencionales de sinterización, p.ej., sinterización al vacío, Sinter HIP, sinterización por descarga de plasma, etc., La técnica de sinterización utilizada para cada composición en polvo específica es preferentemente la técnica que podría haberse utilizado para la composición en polvo cuando se fabrica el polvo de acuerdo con los procedimientos convencionales, es decir, molienda de bolas o molienda tritadora.

En una realización de la presente invención, la sinterización se realiza por sinterización por presión de gas (GPS). Convenientemente, la temperatura de sinterización está comprendida entre 1350 y 1500°C, preferentemente entre 1400 y 1450 °C. El gas es preferentemente de naturaleza inerte, p.ej. argón. La sinterización tiene lugar convenientemente a una presión comprendida entre 20 bar y 1000 bar, preferentemente entre 20 bar y 100.

- 15 En otra realización de la presente invención la sinterización se lleva a cabo por sinterización al vacío. Convenientemente, la temperatura de sinterización está comprendida entre 1350 y 1500 °C, preferentemente entre 1400 y 1450°C.

Las aplicaciones adecuadas para los carburos cementados fabricados de acuerdo con el procedimiento mencionado incluyen piezas desgastada que requieren una combinación de propiedades de buena dureza (resistencia al desgaste) y tenacidad.

El carburo cementado fabricado de acuerdo con lo expuesto se puede utilizar en cualquier aplicación en la que el carburo cementado se suele utilizar. En una realización, se usa el carburo cementado en aplicaciones de aceite y gas como por ejemplo, brocas de minería.

Ejemplo 1 (invención)

- 25 Se fabricaron muestras de carburo cementado que comprendían la fase dura WC y la fase aglutinante Co.

La materia prima de WC fue un cristal simple de WC que tenían una morfología normalmente esférica, según se determinó a través del examen visual con un microscopio electrónico de barrido, con un tamaño del grano FSSS promedio de 2 µm.

- 30 Se mezclaron los polvos de WC y Co con una mezcla de etanol – agua – PEG en un mezclador acústico LabRAM. Se realizó el mezclado durante 5 minutos a un efecto de 100 % de intensidad.

Tras el mezclado, se secó por pulverización la suspensión espesa formando aglomerados que se prensaron después para formar cuerpos de forma de brocas. Se sinterizaron GPS los cuerpos prensados al vacío, a una temperatura de 1410 °C para obtener muestras densas de carburo cementado. Se realizó la caracterización del tamaño de grano sinterizado según ISO4499. Los granos de WC tras la sinterización fueron generalmente esféricos con un tamaño de partícula de 1,5 µm y una distribución caracterizada por una distribución de Gaus, véase las Figuras 2 y 3. En la Tabla 1 se muestran las cantidades y propiedades de las diferentes materias primas.

Tabla 1

	Contenido Co (% en peso)	Morfología WC	Tamaño de grano WC (µm, FSSS) antes de mezclado
Invención 1	6	esférica	1,5
Invención 2	11	esférica	1,5

Ejemplo 2 (técnica anterior)

- 40 Se fabricaron muestras de carburo cementado que comprendían fase dura de WC y fase aglutinante de Co. Se molieron en húmedo los polvos de WC y Co de acuerdo con la Tabla 2 en un molino de bolas durante 10 h en una relación entre los cuerpos de molienda y el polvo de 3,6:1, se secaron por pulverización y se prensaron para obtener cuerpos con la forma de brocas. Se sinterizaron GPS los cuerpos prensados al vacío a una temperatura de 1410 °C para obtener muestras densas de carburo cementado. La muestra se designa Muestra comparativa 1.

Tabla 2

	Co (% en peso)	Morfología WC	Tamaño de grano WC (µm, FSSS) antes de molienda
Muestra comparativa 1	11	angular	4

Ejemplo 3 (técnica anterior)

Se fabricó un carburo cementado según el procedimiento sol-gel de acuerdo con la patente europea EP752921 utilizando un acetato de cobalto para revestir la materia prima de WC con morfología esférica. Tras el revestimiento, se secó la suspensión espesa y se redujo el acetato de Co con hidrógeno a 450 °C. Se incorporó el polvo seco revestido que contenía un 2 % en peso en un vaso de molienda junto con 4 en peso de Co adicional ajustado para conseguir la calidad de composición como muestra comparativa 2, que incluyó una mezcla de etanol-agua y un lubricante, seguido de "molienda suave", molienda en húmedo en un molino de bolas durante 4 h en una relación entre los cuerpos de molienda y el polvo de 2,7:1 para conseguir homogeneidad. En la Tabla 3 se definen las materias primas en polvo.

Tabla 3

	Co (% en peso)	Morfología WC	Tamaño de grano WC (μm , FSSS) antes de molienda
Muestra comparativa 2	6	redonda	4

Ejemplo 4

Se analizaron las muestras de carburo cementado de los ejemplos 1, 2 y 3 en lo que respecta al tamaño de grano, la dureza y la porosidad. Se midió la coercividad a través del procedimiento normal según ISO3326.

Se midió el tamaño de grano y la relación Riley a partir de la micrografía de una sección pulida con un procedimiento de intercepto medio de acuerdo con ISO 4499 siendo los valores presentados en la Tabla 1 los valores medios. Se midió la dureza con un indentador Vickers en una superficie pulida de acuerdo con ISO 3878 utilizando una carga de 30 kg.

Se mide la porosidad de acuerdo con ISO 4505, que es un procedimiento basado en los estudios en el microscopio de luz de en muestras pulidas a través de cortes. Los niveles de porosidad buenos son iguales o por debajo de A02maxB00C00 utilizando la escala ISO4505. El tamaño de grano de la materia prima de WC también se incluye con fines comparativos.

En la Tabla 4 se pueden observar los resultados.

Tabla 4

	materia prima de WC (μm)	WC sinterizado (μm)	Dureza (HV30)	% sat. magnética	Hc (kA/m)	Relación Riley	Porosidad
Invencción 1	1,5	2	1270	93	5,6	1,16	A02,B00,C00
Invencción 2	1,5	1,5	1250	90	8,2	1,29	A02,B00,C00
Muestra comparativa 1	4	4,5	1250	90	8,4	1,75	A02,B00,C00
Muestra comparativa 2	6	4,5	1300	90	6,8	1,17	A02,B00,C00

Tal como se puede observar en la Tabla 4, las propiedades físicas de las muestras de acuerdo con la presente invención 1 y 2, presentan unas propiedades iguales o mejoradas con respecto a las muestras comparativas 1 y 2 de la técnica anterior

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de fabricación de un cuerpo de carburo cementado que comprende las etapas de:
 - formar una mezcla en polvo que comprende materia prima de WC en polvo y una fase aglutinante de metal en polvo;
 - someter dicha mezcla en polvo a una operación de mezclado utilizando un mezclador sin contacto, en el que se utilizan las ondas acústicas que alcanzan estados de resonancia para formar una mezcla en polvo mixta;
 - someter dicha mezcla en polvo mixta a una operación de prensado y sinterización, y en el que la materia prima de WS es un cristal simple y en el que los granos de WC tras la sinterización tienen una morfología esférica o angular.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado porque** los granos tras la sinterización tienen una morfología esférica y una relación de Riley por debajo de 1,5.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado porque** los granos tras la sinterización tienen una morfología angular con una relación de Riley por encima de 1,5.
4. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** se añade un aglutinante orgánico a la mezcla en polvo.
5. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** se añade una mezcla líquida a la mezcla en polvo para formar una suspensión espesa antes de la operación de mezclado.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5 **caracterizado porque** se seca por pulverización la suspensión espesa.
7. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** el metal aglutinante en polvo es cualquiera entre un metal aglutinante único, o una mezcla en polvo de dos o más metales, o un polvo de una aleación de dos o más metales, en la que los metales aglutinantes se seleccionan entre Cr, Mo, Fe, Co o Ni.
8. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** la sinterización se realiza por sinterización de presión de gas a una temperatura de sinterización comprendida entre 1350 y 1500 °C.
9. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-7 **caracterizado porque** la sinterización se realiza por sinterización al vacío a una temperatura de sinterización comprendida entre 1350 y 1500 °C.
10. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** el tamaño de grano de la materia prima de WC está comprendido entre 0,2 y 30 µm.
11. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** la cantidad de fase aglutinante en polvo está comprendida entre 3 y 30 % en peso.
12. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado porque** la cantidad de fase aglutinante está comprendida entre 5 y 7 % en peso y el tamaño de grano de WC está comprendido entre 2 y 3 µm.
13. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-11 **caracterizado porque** la cantidad de fase aglutinante está comprendida entre 7 y 12 % en peso y el tamaño de grano de WC está comprendido entre 1 y 3 µm.

Fig 1

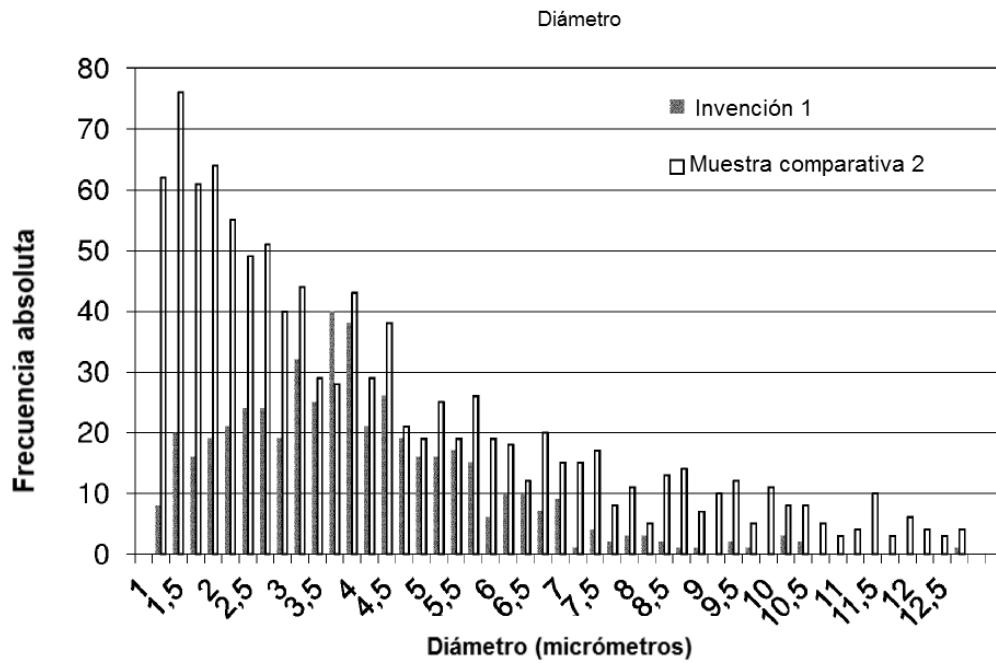


Fig 2

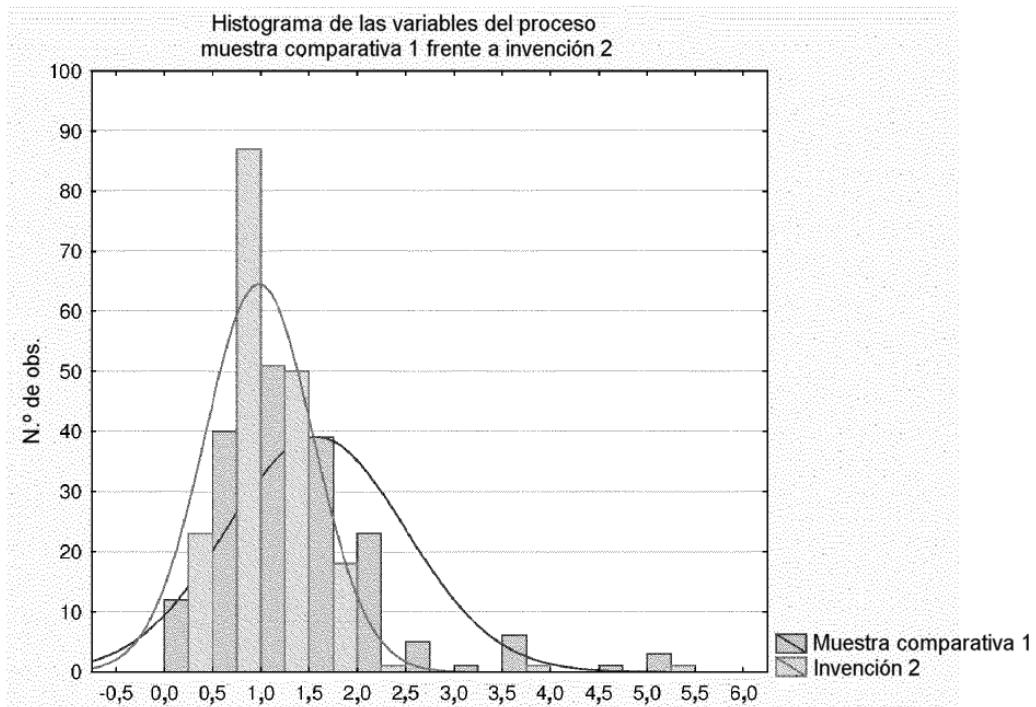


Fig 3

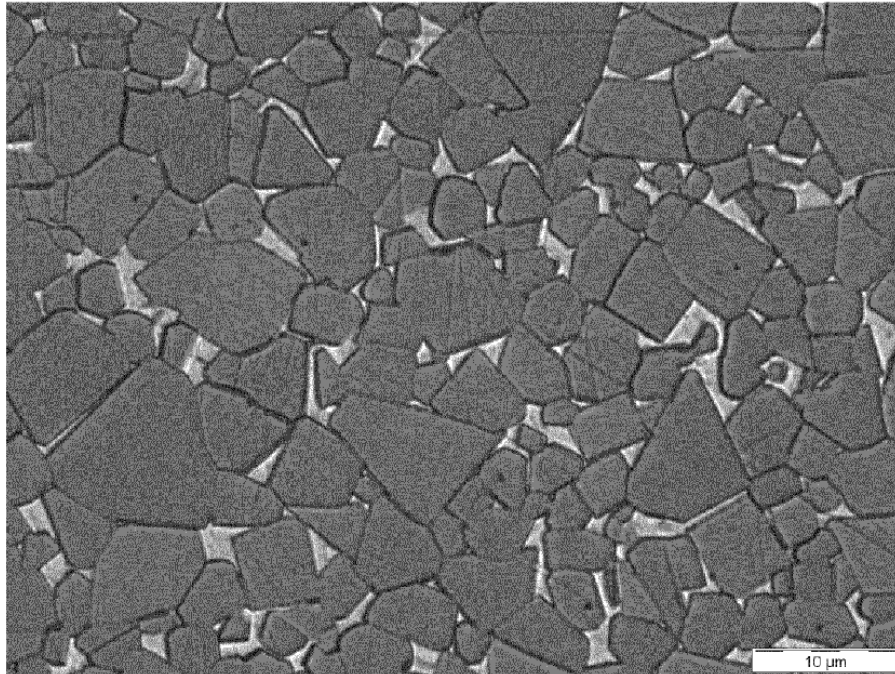


Fig 4

