



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 307 948**

(51) Int. Cl.:
B22F 3/11 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **03737877 .5**

(96) Fecha de presentación : **09.05.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1523390**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **20.04.2005**

(54) Título: **Procedimiento para la producción, cercana a los contornos finales deseados, de cuerpos moldeados metálicos altamente porosos.**

(30) Prioridad: **03.06.2002 DE 102 24 671**

(73) Titular/es: **Forschungszentrum Jülich GmbH
52425 Jülich, DE**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.12.2008

(72) Inventor/es: **Bram, Martin;
Laptev, Alexander;
Stöver, Detlev y
Buchkremer, Hans, Peter**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.12.2008

(74) Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

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, cercana a los contornos finales deseados, de cuerpos moldeados metálicos altamente porosos.

El invento se refiere a un procedimiento, con el que se puede conseguir una producción cercana a los contornos finales deseados, de piezas componentes porosas, en particular altamente porosas.

Estado de la técnica

Es conocido el prensado de polvos metálicos para la producción de cuerpos metálicos porosos. Con el fin de generar la porosidad deseada, se les pueden añadir a los polvos metálicos en tal caso los denominados materiales para reserva de sitio, que hacen posible estabilizar la deseada porosidad. Después de haber prensado cuerpos en bruto (en verde) a partir de la mezcla de polvos, el material para reserva de sitio ha de eliminarse entonces desde los cuerpos en bruto, de tal manera que el cuerpo en bruto sea sostenido solamente todavía por el armazón de polvo metálico remanente, que entre su estructura de armazón tiene espacios huecos. El cuerpo en bruto ya tiene por consiguiente la posterior estructura porosa del cuerpo moldeado. Al expulsar el material para reserva de sitio, hay que procurar que se conserve el armazón de polvo metálico. Mediante una subsiguiente sinterización del cuerpo en bruto resulta un cuerpo moldeado altamente poroso, siendo las superficies de contacto de las partículas de polvo unidas por difusión al sinterizar.

Como materiales para reserva de sitio, destinados a la formación de cuerpos moldeados metálicos porosos, se conocen por una parte compuestos orgánicos con un punto de fusión relativamente alto, que se eliminan desde los cuerpos en bruto por evaporación o pirólisis (craqueo) y disolución de los resultantes productos del craqueo mediante apropiados disolventes. Plantean problemas en este contexto el considerable consumo de tiempo al realizar la eliminación del material para reserva de sitio, así como los productos del craqueo, que reaccionan con casi todos los metales que se han de elaborar por vía pulvimetalúrgica, tales como Ti, Al, Fe, Cr, Ni, etc., y que dejan tras de sí altas concentraciones de impurezas. Repercute de una manera desventajosa, también en el caso de la utilización de materiales termoplásticos, que son eliminados por calentamiento del cuerpo en bruto, la expansión en el punto de transición vítrea, de esta manera se perjudica la necesaria estabilidad del cuerpo en bruto.

Por otra parte, como materiales para reserva de sitio se utilizan también compuestos inorgánicos de alto punto de fusión, tales como sales de metales alcalinos y metales de bajo punto de fusión tales como Mg, Sn, Pb, etc. Tales materiales para reserva de sitio se eliminan desde los cuerpos en bruto en vacío o bajo un gas protector, a unas temperaturas comprendidas entre aproximadamente 600 y 1.000°C mediando un alto consumo de energía y de tiempo. No se pueden evitar, en los casos de estos materiales para reserva de sitio, unas impurezas que permanecen en el cuerpo moldeado, las cuales son perjudiciales, en particular en el caso de cuerpos moldeados procedentes de polvos metálicos reactivos, tales como los de Ti, Al, Fe, Cr y Ni.

A partir del documento de patente alemana DE 196 38 927 C2 se conoce un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados metálicos altamente porosos, en el que, en primer lugar, se mezclan polvos metálicos y un material para reserva de sitio, y a continuación se prensan para dar una pieza moldeada en bruto. En este caso pueden pasar a utilizarse tanto el prensado uniaxial como también el prensado isostático. El material para reserva de sitio se expulsa térmicamente y a continuación el cuerpo en bruto se sinteriza. Si la mezcla de polvos y del material para reserva de sitio se estabiliza mediante un agente aglutinante, en principio es posible realizar, directamente mediante el prensado multiaxial, también unas geometrías relativamente más complicadas de las piezas componentes. La fabricación de una apropiada herramienta de prensado es sin embargo costosa y cara. Especialmente para pequeñas series es, por lo tanto, ventajoso producir en primer término piezas semiterminadas con una geometría universal (p.ej. la de cilindros o planchas) y llevar a éstas mediante un subsiguiente tratamiento mecánico hasta el contorno final deseado.

De acuerdo con el actual estado de la técnica, la conformación definitiva de cuerpos moldeados altamente porosos se efectúa tan solo después de la sinterización mediante procedimientos mecánicos convencionales, tales como por ejemplo torneado, fresado, taladrado o rectificado. De manera desventajosa, este tratamiento suplementario de la pieza semiterminada ya sinterizada está vinculado con una deformación local del material de trabajo. Mediante la deformación plástica se llega regularmente a un taponamiento de los poros. De esta manera, la deseada porosidad abierta del cuerpo moldeado se pierde regularmente justo en la región superficial. Esto perjudica desventajosamente a las propiedades funcionales del cuerpo moldeado. Además, la pieza de trabajo, a causa de su alta porosidad, puede ser sujeta solamente con precauciones, puesto que ella no es demasiado estable frente a la presión. La superficie irregular del cuerpo moldeado poroso produce además un desgaste relativamente alto de la herramienta.

Problema y resolución

El problema del invento es el de poner a disposición un procedimiento sencillo para la producción de un cuerpo moldeado metálico altamente poroso, que en particular tenga una geometría muy complicada y que no presente las desventajas antes mencionadas, p.ej., un perjuicio de la porosidad junto a la superficie.

Objeto del invento

Es objeto del invento un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados metálicos altamente porosos. El procedimiento comprende en este caso las siguientes etapas de procedimiento. Un polvo metálico utilizado como material de partida se mezcla con un material para reserva de sitio. En el caso del polvo metálico puede tratarse en este contexto, por ejemplo, de titanio y sus aleaciones, hierro y sus aleaciones, níquel y sus aleaciones, cobre, bronce, molibdeno, niobio, tántalo y wolframio.

Materiales apropiados como reservas de sitio son, por ejemplo, carbamida (urea) $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ ($\text{H}_2\text{N}-\text{CO}-\text{NH}_2$), biuret $\text{C}_2\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$, melamina $\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$, una resina de melamina, carbonato de amonio $(\text{NH}_4)\text{CO}_3\text{H}_2\text{O}$ y bicarbonato de amonio NH_4HCO_3 , que se pueden eliminar sin dejar residuos a partir del cuerpo en bruto, a unas temperaturas hasta de como máximo 300°C . Se ha manifestado de modo especialmente ventajoso el bicarbonato de sodio como material para reserva de sitio, que ya a aproximadamente 65°C se puede expulsar hacia el aire. La granulación, es decir el tamaño de partículas, y la forma de las partículas del material para reserva de sitio determinan la porosidad que se forma en el cuerpo moldeado. Unos típicos diámetros de partículas del material para reserva de sitio son los de $50\text{ }\mu\text{m}$ a 2 mm . Mediante una apropiada elección del material para reserva de sitio, así como de la cantidad del material para reserva de sitio en relación con el cuerpo metálico, se puede conseguir en la pieza moldeada definitiva una porosidad alta, homogénea y abierta. Se pueden conseguir sin dificultades unas porosidades hasta de 90% .

A partir de la mezcla se prensa un cuerpo en bruto, en particular un cuerpo en bruto que tiene una geometría sencilla. Éste puede ser por ejemplo un cilindro o también una plancha. Como procedimientos de prensado se pueden emplear el prensado multiaxial y el prensado isostático en frío. El prensado multiaxial conduce a piezas semiterminadas que retienen las dimensiones deseadas con unos contornos exteriores definidos. El rozamiento de las paredes al efectuar el desmoldeo causa la formación de una denominada piel o película de prensado, que se forma a partir de partículas pulverulentas metálicas, deformadas plásticamente. Ésta puede ser eliminada antes de la sinterización mediante un tratamiento mecánico, siempre y cuando que no se efectúe ningún tratamiento en bruto adicional. El rozamiento de las paredes limita la relación de longitud a diámetro a 2 por 1. Por encima de este valor aparecen en la pieza prensada unas diferencias demasiado grandes de densidades. El prensado isostático en frío se efectúa por ejemplo en moldes de caucho. Como medio para la transferencia de la presión sirve una emulsión oleosa, en la cual se encuentra el molde de caucho relleno con polvos. Puesto que el rozamiento de las paredes desaparece al desmoldear, es posible también producir piezas semiterminadas con una relación de longitud a diámetro mayor que 2 por 1 con una distribución suficientemente homogénea de las densidades. Es desventajosa la pequeña capacidad de retención de dimensiones del contorno exterior, que sin embargo apenas influye sobre el subsiguiente tratamiento en bruto.

El cuerpo en bruto es sometido a continuación a un convencional tratamiento mecánico, en el que la pieza de trabajo adquiere su forma definitiva, incluyéndose en el cálculo la contracción producida durante el proceso de sinterización. El tratamiento en el estadio de la pieza en bruto, en el cual todavía está presente el material para reserva de sitio, tiene la ventaja de que la pieza de trabajo se puede tratar de una manera sencilla, y no se perjudica la porosidad. El desgaste de la herramienta es mantenido de esta manera regularmente pequeño. También unas conformaciones muy complicadas son posibles con este procedimiento. El material para reserva de sitio que todavía está presente, hace que la pieza de trabajo que se ha de tratar sea suficientemente estable a la presión, con el fin de poderla sujetar para realizar el subsiguiente tratamiento mecánico.

Cuando se ha conseguido la forma definitiva, el material para reserva de sitio se elimina térmicamente desde el cuerpo en bruto en presencia de aire o en vacío o bajo un gas protector. La atmósfera es dependiente del material para reserva de sitio que se haya escogido. Por ejemplo, ya es suficiente una atmósfera de aire a una temperatura por encima de 65°C con el fin de eliminar el bicarbonato de amonio como material para reserva de sitio. El cuerpo en bruto se sinteriza a continuación para dar el cuerpo moldeado.

El tratamiento mecánico antes de la sinterización hace posible de manera ventajosa una producción sencilla, cercana al contorno final deseado, también para geometrías complicadas del cuerpo moldeado que se ha de producir, sin perjudicar a la porosidad y sin ningún alto desgaste de la herramienta.

Este procedimiento no está restringido a la producción de cuerpos moldeados con una porosidad uniforme, sino que con él se pueden producir también cuerpos moldeados con una porosidad diversa, p.ej. graduada.

En el caso de la utilización de polvos gruesos de partida, algunas partículas tienen regularmente una unión débil con el retículo sinterizado, puesto que los puentes de sinterización se han estructurado sólo de una manera incompleta. Ya en el caso de una pequeña carga, se puede llegar en tal caso regularmente a un desconchamiento. Esto puede ser sin embargo inadmisibles en los casos de algunas aplicaciones. Con el fin de evitar este desventajoso efecto, unas piezas componentes altamente porosas a base de polvos gruesos de partida, antes del empleo propiamente dicho, son ventajosamente trovalizadas (= nombre de marca de tratamiento) o, equivalentemente, rectificadas en tambor oscilante. En los casos de estos procedimientos, las partículas débilmente adheridas son eliminadas regularmente desde la superficie mediante un proceso de rectificado o amolado.

Parte descriptiva especial

Seguidamente, el objeto del invento es explicado con mayor detalle con ayuda de figuras y de un ejemplo de realización, sin que se limite con ello el objeto del invento.

Muestran:

La Figura 1: unas posibles formas de realización de las piezas semiterminadas, que habían sido producidas mediante un prensado multiaxial y mediante un prensado isostático en frío.

La Figura 2: diferentes geometrías de modelos, que se habían producido a partir de un acero inoxidable 1.4404 (316L) según el procedimiento conforme al invento.

La Figura 3: una representación de la macroporosidad, que es ajustada por medio del material para reserva de sitio, y de la microporosidad que aparece dentro de los puentes de sinterización.

El típico transcurso de procesos del procedimiento conforme al invento se subdivide y organiza de la siguiente manera.

1. En primer lugar se produce una pieza semiterminada apoyándose en el documento DE 196 38 927. Para esto, un polvo metálico, en particular del acero inoxidable 1.4404 (316L) o de titanio, se mezcla con un material para reserva de sitio, en particular bicarbonato de amonio, y se prensa uniaxialmente o isostáticamente en frío. Dependiendo de la herramienta de prensado, están a disposición para el tratamiento ulterior como piezas terminadas, p.ej., cilindros o planchas. La Figura 1 muestra posibles formas de realización de las piezas semiterminadas, que habían sido producidas mediante un prensado multiaxial y mediante un prensado isostático en frío.
2. Sigue el tratamiento en bruto de la pieza semiterminada no sinterizada mediante un tratamiento mecánico convencional (aserrado, taladrado, torneado, fresado, rectificado...) El material para reserva de sitio aumenta ventajosamente la resistencia en bruto de las piezas semiterminadas y repercute por consiguiente de un modo favorable sobre la capacidad para tratamiento (elaborabilidad). Una ventaja adicional del tratamiento es la baja fuerza de corte y correspondientemente el pequeño desgaste de la herramienta. Se evita asimismo un taponamiento de los poros.
3. La eliminación del material para reserva de sitio y la sinterización pueden efectuarse convencionalmente sobre un sustrato plano de sinterización hecho de un material cerámico, o alternativamente en una carga a granel de bolas de un material cerámico. Los parámetros para la eliminación del material para reserva de sitio se pueden escoger apoyándose en el documento DE 196 38 927 C2. Como complemento al documento DE 196 38 927 C2, la eliminación del material para reserva de sitio, carbonato de amonio y bicarbonato de amonio, se efectúa en presencia de aire. La sinterización en una carga a granel de bolas tiene la ventaja de que son pequeñas las superficies de contacto con la pieza componente y de esta manera se impide una adherencia de la pieza componente a las bolas de material cerámico. Además, la carga a granel de bolas puede compensar con facilidad la contracción por sinterización mediante un cambio de la orientación de las bolas, por lo que durante el proceso completo de sinterización existe un contacto uniforme con la capa sinterizada. Esto evita una deformación de las piezas componentes al sinterizar. Como una opción, los cuerpos moldeados pueden ser trovalizados con el fin de mejorar a continuación la calidad superficial.

Ejemplos de realización

La Figura 2 muestra diferentes geometrías de modelos, que se habían producido a partir del acero inoxidable 1.4404 (316L) después del transcurso del procedimiento de acuerdo con el invento y que se describe a continuación. Como material de partida se utilizó un polvo atomizado con agua (fracción granulométrica $< 50 \mu\text{m}$). El polvo de acero se mezcló con el material para reserva de sitio, bicarbonato de amonio, (fracción granulométrica de 355 a $500 \mu\text{m}$), en la relación del polvo de acero al bicarbonato de sodio de 45 por 55 (en % en volumen). Esto corresponde a una relación del polvo de acero al material para reserva de sitio de 80,5 a 19,5 en % en peso. La mezcla se prensó uniaxialmente con una presión de prensado de 425 MPa para formar unos cilindros, cuyo diámetro era de 30 mm y cuya altura era de 22 mm. Los cilindros fueron tratados en el estado en bruto mediante taladrado y torneado. Junto a taladros se pudieron realizar unos escalones tanto rectangulares como también redondeados en las geometrías de modelos. La eliminación del material para reserva de sitio, bicarbonato de amonio, se efectuó en presencia de aire a una temperatura de 105°C. Aún cuando la descomposición del material para reserva de sitio ya se inicia a 65°C, se escogió más alta la temperatura, con el fin de poder evacuar el producto de descomposición, agua, en el estado gaseoso. La sinterización se llevó a cabo a 1.120°C durante 2 horas bajo una atmósfera de argón. La geometrías de modelos mostraron una contracción de aproximadamente 4%. La porosidad final de las piezas componentes estaba situada en aproximadamente 60%. Ella se compone de la macroporosidad, que es ajustada por medio del material para reserva de sitio, y de la microporosidad, que aparece dentro de los puentes de sinterización (Figura 3). La microporosidad resulta de una sinterización incompleta de las partículas del polvo metálico. Con el fin de disminuir la microporosidad se aconseja la utilización de polvos de partida más finos o la sinterización a unas temperaturas más altas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de cuerpos moldeados metálicos altamente porosos, con las siguientes etapas de procedimiento:

- un polvo metálico utilizado como material de partida se mezcla con un material pulverulento para reserva de sitio que tiene un tamaño de partículas comprendido entre $50\text{ }\mu\text{m}$ y 2 mm , que es eliminable sin dejar residuos a partir de un cuerpo en bruto a unas temperaturas de como máximo 300°C ,
- a partir de la mezcla se prensa un cuerpo en bruto,
- el cuerpo en bruto se somete a un tratamiento mecánico convencional,
- el material para reserva de sitio se elimina térmicamente a partir del cuerpo en bruto en presencia de aire o en vacío o bajo un gas protector, de manera tal que resulta un cuerpo en bruto tratado con una porosidad abierta,
- el cuerpo en bruto se sinteriza para dar el cuerpo moldeado.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 precedente, en el cual como material para reserva de sitio se emplea carbamida, biuret, melamina, una resina de melamina, carbonato de amonio o bicarbonato de amonio.

3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 2 precedentes, en el que el material para reserva de sitio se elimina a unas temperaturas situadas por debajo de 300°C , en particular por debajo de 105°C , y de manera especialmente ventajosa por debajo de 70°C .

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4 precedentes, en el que como polvo metálico de partida se emplea el acero inoxidable 1.4404 (316L) o titanio.

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4 precedentes, en el que los cuerpos moldeados se producen de una manera cercana al contorno final deseado en el estado en bruto mediante aserrado, taladrado, torneado, fresado o rectificado.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5 precedentes, en el que la sinterización se efectúa en una carga a granel a base de bolas de material cerámico.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6 precedentes, en el que los cuerpos moldeados se trovalizan o rectifican en tambor oscilante después de la sinterización.

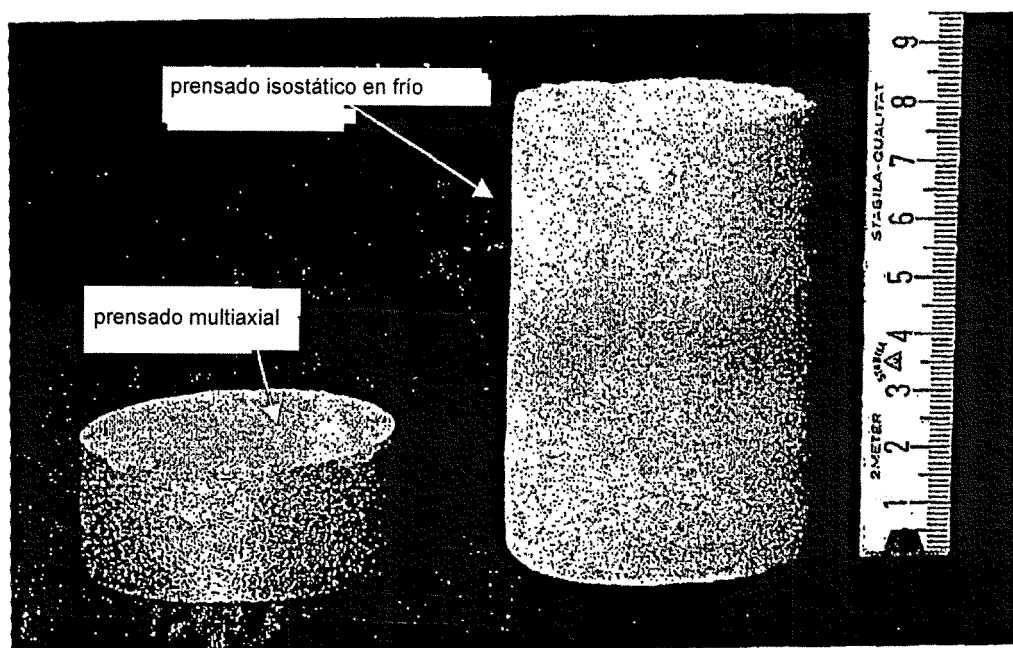


Figura 1

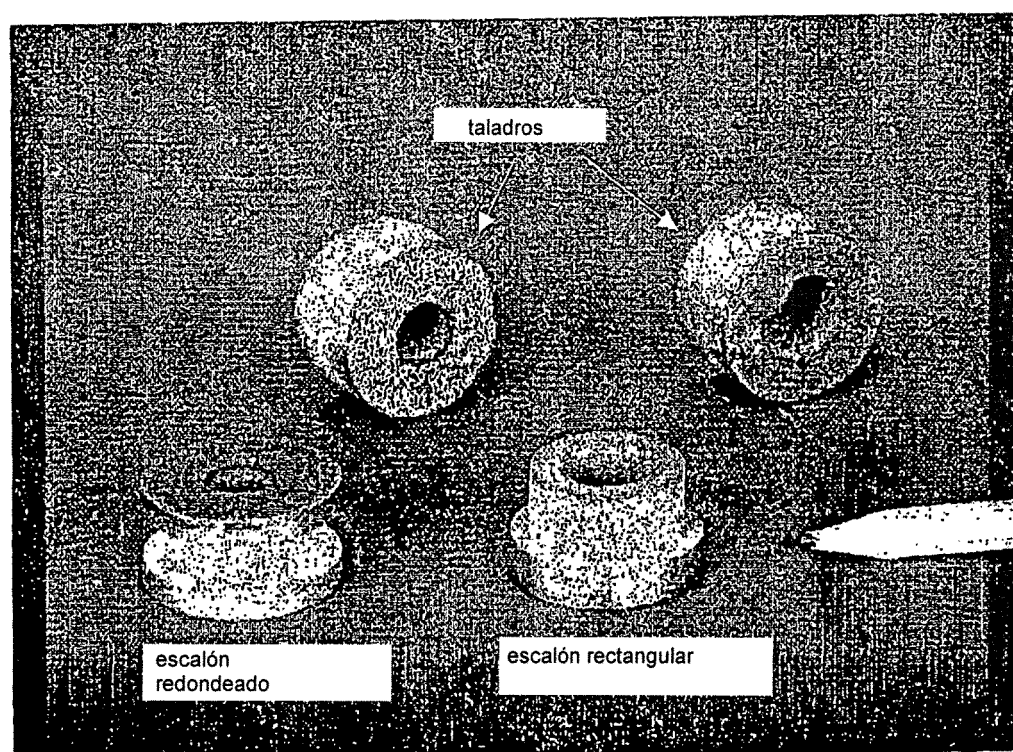


Figura 2

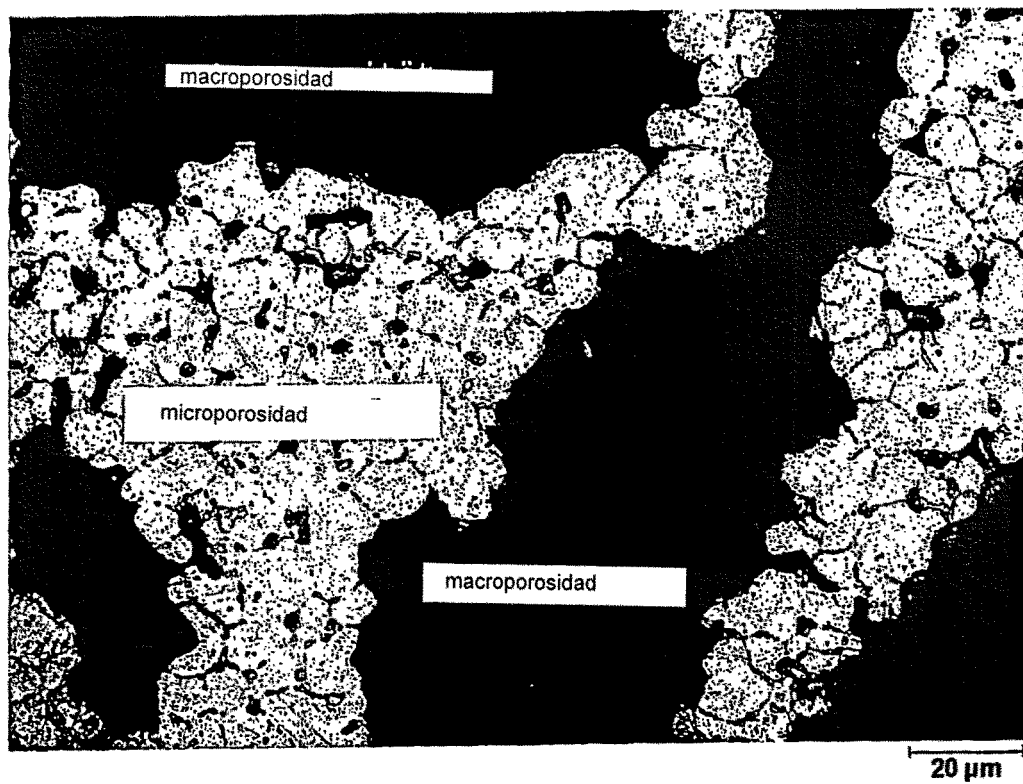


Figura 3