



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 350 596**

51 Int. Cl.:  
**F16D 65/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06744064 .4**

96 Fecha de presentación : **02.06.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1886042**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.02.2008**

54 Título: **Material para un disco de freno.**

30 Prioridad: **03.06.2005 GB 0511376**  
**21.04.2006 GB 0607931**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**25.01.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**25.01.2011**

73 Titular/es:  
**HUNTERCOMBE CONSULTANCY LIMITED**  
**1A Church Walk, Winslow**  
**Buckinghamshire MK18 3NE, GB**

72 Inventor/es: **Murphy, Martin**

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 350 596 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

## MATERIAL PARA UN DISCO DE FRENO

La presente invención se refiere a un método para formar materiales para su uso en componentes de fricción, particularmente en discos de freno o  
5 placas de embrague.

Los frenos de disco que comprenden una pinza de freno y un disco se han utilizado ampliamente, particularmente para aplicaciones de automoción. Durante el frenado, el disco se aprieta contra las pastillas de material de fricción montadas en la pinza de freno. El disco está montado para que gire  
10 sobre un eje paralelo al eje de rotación de la rueda.

Durante su uso, el disco de freno soporta tensiones considerables, particularmente fuerzas de corte, fricción y abrasivas. El disco de freno, a menudo, se desgasta debido a las fuerzas abrasivas ejercidas durante un período de tiempo. De ahí que se quiera fabricar un disco que sea más  
15 resistente al desgaste que los actualmente disponibles.

Los discos de freno que pueden someterse a fuerzas de frenado con energía particularmente alta contienen generalmente algún tipo de refuerzo, a menudo, filamentos de carbono en alguna forma como tela, fibras cortadas, fibras tejidas y similares. El propósito principal de estos filamentos es transmitir  
20 altas propiedades mecánicas, como la resistencia y rigidez, a una temperatura elevada a los discos para que puedan soportar las fuerzas encontradas durante el frenado en aplicaciones de alto rendimiento. Estas aplicaciones suelen encontrarse, pero no de forma exclusiva, en las industrias de automoción y aeroespacial, por ejemplo, en los sistemas de frenado de alto rendimiento de  
25 coches deportivos, aviones y similares. Los discos de freno pueden contener un material de carbono, que puede presentarse en forma de un compuesto carbono-carbono (C/C), por ejemplo, un disco de freno que contenga tela de carbono o capas de filamento contenidas dentro de una matriz de carbono. (El término "carbono" se utiliza en sentido genérico y se refiere a cualquier tipo de  
30 carbono, tanto si es carbono amorfo como grafito cristalino). Además, los discos de freno se han fabricado utilizando una capa de material carbonáceo a granel, como el grafito a granel a fin de reducir el largo tiempo de fabricación del compuesto laminado C/C y reducir los costes. Obviamente, para los discos de freno también se utilizan combinaciones de compuesto C/C y capas de  
35 grafito a granel.

En funcionamiento, los frenos de disco pueden alcanzar temperaturas superiores a los 1000 ° C. Estas altas temperaturas producen la oxidación del disco (el umbral para la oxidación del carbono es de aproximadamente 1010 ° C y muchos usuarios establecen un límite superior de operación de 800 ° C) y  
5 ocasiona altas tasas de desgaste en las áreas de fricción y no-fricción.

Varias publicaciones de patentes tratan el recubrimiento de las regiones de no fricción del disco para reducir la oxidación y la pérdida de masa en esas zonas. Por ejemplo, en la GB 1544994 se explica que los recubrimientos se pueden aplicar a los discos C/C de superficie resistente al desgaste con el fin  
10 de suministrar un recubrimiento que limite la oxidación.

En la patente EP 0 548 196 se explica el proceso de aplicación de un recubrimiento cerámico sobre sustrato metálico, preferentemente un compuesto de matriz metálica (CMM) de aluminio, con la intención de mejorar la capacidad de temperatura del disco de aluminio mediante la formación de  
15 una barrera térmica.

En la solicitud de patente PCT/GB03/01783 se explica el proceso de aplicación de un recubrimiento cerámico sobre la superficie de un freno carbono-carbono.

En la patente de EE. UU. 6.455.159 se describe el proceso de recubrimiento de  
20 las composiciones que contienen fosfato de aluminio (pero excluyendo específicamente las composiciones que contienen fosfato de monoaluminio) en los discos de freno carbono-carbono mediante el pintado con brocha, la inmersión u otras técnicas de pintura.

En la patente WO 88/07506 se describe un proceso de recubrimiento  
25 mejorado antioxidante para la superficie de los frenos de disco carbono-carbono.

En la publicación de la patente internacional n ° WO 2004/011392 se describen las composiciones de recubrimiento antioxidantes para el recubrimiento de discos de freno carbono-carbono. Este documento indica que  
30 no es apropiado recubrir la superficie de fricción de un disco de freno con un recubrimiento antioxidante, ya que disminuye la "condiciones del servicio de frenado", es decir, las propiedades de fricción de la superficie funcional (o de fricción) se reducen cuando se recubre con el recubrimiento antioxidante.

La eficacia de frenado de los discos de freno recubiertos está limitada  
35 por la naturaleza discreta de los materiales de recubrimiento y de sustrato en

sus puntos de contacto. Se ha demostrado que el punto de contacto entre el recubrimiento y el sustrato es un punto débil que limita la eficacia de estos sistemas.

En general, se ha demostrado que la aplicación de los recubrimientos  
5 antioxidantes sobre una superficie de fricción disminuye las propiedades de fricción de la superficie. Otra desventaja de los discos de freno recubiertos es que el recubrimiento se elimina durante el uso exponiendo el material de frenado subyacente del freno, lo que puede conducir a una mayor oxidación de la superficie de fricción debido a su exposición al aire. Por lo tanto, existe la  
10 necesidad de fabricar un disco de freno que sea más resistente a la oxidación que el disco estándar de carbono-carbono y que, a su vez, no muestre un rendimiento de frenado inferior al disco estándar de carbono-carbono, preferentemente durante la vida útil del disco.

Los discos de freno carbono-carbono se fabrican generalmente  
15 mediante la compresión entre sí de un conjunto de fibras de carbono formando un cuerpo de fibras en forma de disco (preformas). En uno de los métodos de fabricación, el cuerpo se calienta en un horno con gas orgánico de tal manera que el carbono se deposita en la mayor parte de las fibras de la preforma (proceso CVD (deposición química de vapor)/IVC (infiltración química en fase  
20 vapor)). De este modo, se forma el material compuesto carbono-carbono. Para fabricar un disco se deben alcanzar altas temperaturas para calentar el cuerpo con el consiguiente consumo de grandes cantidades de gas y energía, además, a menudo, el proceso CVD se repite varias veces. Por ello, la fabricación del disco de freno mediante este método implica un tiempo y costes considerables.  
25 De ahí, la necesidad de fabricar un disco de freno mediante un proceso que consuma menos energía y requiera menos tiempo.

En un primer aspecto, la presente invención proporciona un método para formar un material para, al menos, un componente de un sistema de fricción compuesto por dos componentes acoplables por fricción, el método comprende  
30 las siguientes etapas de:

- (i) proporcionar al menos un cuerpo poroso;
- (ii) introducir en los poros del cuerpo poroso uno o más materiales precursores para formar o depositar un material cerámico; y
- (iii) formar el material componente mediante la formación o el depósito del  
35 material cerámico a partir del material precursor dentro de los poros del cuerpo,

en donde el material precursor es un líquido que contiene una suspensión de partículas de cerámica y/o fosfato ácido, y en donde el material precursor se introduce sustancialmente en todo el cuerpo poroso.

Una "pila de discos de freno múltiples" es un conjunto de dos o más  
5 discos de freno. No es necesario que todos los discos de freno de la pila sean del material fabricado de acuerdo con la presente invención. Por ejemplo, los discos alternos de la pila pueden contener el material de la presente invención.

El sistema de fricción compuesto por dos componentes acoplables por fricción comprende preferentemente un disco de freno o una placa de  
10 embrague como uno de los componentes.

En el aspecto anterior y en la siguiente descripción, el término "disco de freno" puede ser sustituido por "placa de embrague". Un disco de freno y una placa de embrague, en un automóvil u otro vehículo, debe presentar propiedades similares de modo que ambos proporcionen un componente rígido  
15 contra el que otro componente, por ejemplo, una pastilla de freno u otra placa de embrague, deba acoplarse por fricción.

El experto definiría el embrague como un sistema mecánico para transmitir rotación en la que un objeto que gira puede acoplarse y desacoplarse a otro objeto, que a su vez, también puede girar. Tal como se ha mencionado  
20 anteriormente, en el primer aspecto, la presente invención proporciona un método para formar un material para un componente de un sistema de fricción, el método comprende las etapas de:

(i) proporcionar al menos un cuerpo poroso;  
(ii) introducir en los poros del cuerpo poroso un material precursor para formar  
25 o depositar material cerámico; y  
(iii) formar el material componente mediante la formación o el depósito del material cerámico a partir del material precursor dentro de los poros del cuerpo, en donde el material precursor es un líquido que contiene una suspensión de partículas de cerámica y/o fosfato ácido, y en donde el material precursor se  
30 introduce sustancialmente en todo el cuerpo poroso.

El cuerpo poroso puede tener una primera y segunda superficie en los lados opuestos del cuerpo poroso y el material precursor se puede introducir en la parte del cuerpo poroso, de modo que, en esa parte, el material precursor esté presente sustancialmente en todo el cuerpo desde la primera a la segunda  
35 superficie. Esto puede lograrse mediante el enmascaramiento de parte de la

primera y/o segunda superficie del cuerpo poroso antes de la etapa (ii) para permitir la introducción del material precursor sólo en parte del cuerpo, pero permitiendo el paso del material precursor de la primera superficie a la segunda superficie de esa parte. El cuerpo poroso puede tener una primera y segunda  
5 superficie en los lados opuestos del cuerpo poroso y el material precursor se puede introducir en el cuerpo poroso, de modo que el material precursor esté presente sustancialmente en todo el cuerpo desde la primera a la segunda superficie.

El cuerpo poroso puede comprender uno o más materiales  
10 seleccionados entre el carbono, el carburo de silicio y la alúmina. Preferentemente, antes de la introducción del material cerámico, el cuerpo poroso está compuesto por un 50% o más, más preferentemente un 90% o más, en peso de uno o más de los materiales seleccionados entre el carbono, el carburo de silicio y la alúmina. El cuerpo poroso puede comprender un  
15 material para su uso en un disco de freno y puede ser adecuado para su uso como disco de freno antes de llevar a cabo el método de la presente invención. El cuerpo poroso comprende preferentemente un compuesto carbono-carbono. Preferentemente, en la etapa (i), al menos algunos de los poros del cuerpo poroso están interconectados entre sí. Preferentemente, los poros del interior  
20 del cuerpo están interconectados con una superficie del cuerpo libre de material. Dicho cuerpo se denomina cuerpo con porosidad abierta interconectada.

El cuerpo poroso, en la etapa (i), es preferentemente permeable a gases y  
líquidos tales como el agua. No es necesario que el material del disco de  
25 freno sea permeable a los gases y/o agua después de la formación o la deposición del material cerámico dentro de sus poros, pero puede ser permeable a gases y/o agua si se desea.

El cuerpo poroso, en la etapa (i), puede ser un cuerpo rígido. El cuerpo poroso puede tener la forma de un disco de freno. El cuerpo poroso puede  
30 tener la forma de un anillo. El cuerpo poroso puede comprender un material para su uso en un disco de freno. El cuerpo poroso puede contener carbono, preferentemente un compuesto carbono-carbono, un material cerámico o un metal, tal como una aleación de aluminio o de acero. El cuerpo poroso puede comprender un material de cerámica espumada o metal espumado o  
35 materiales con un contenido de porosidad relativamente alta en comparación

con los materiales estructurales convencionales, o una combinación de los mismos. Preferentemente, el cuerpo poroso comprende un compuesto carbono-carbono.

Los poros tendrán preferentemente un tamaño suficientemente grande como para permitir la introducción de partículas cerámicas del material precursor a través del cuerpo poroso y, preferentemente, el material poroso contendrá poros con un diámetro de al menos  $5\mu\text{m}$ , más preferentemente de al menos  $10\mu\text{m}$ , aún más preferentemente de al menos  $100\mu\text{m}$ , y lo más preferentemente de al menos  $300\mu\text{m}$ . De ese modo, el material infiltrado puede penetrar desde la superficie libre de material al interior del cuerpo.

El cuerpo poroso, en la etapa (i), puede comprender un conjunto de partículas y/o fibras, que preferentemente contienen carbono, preferentemente un 50% o más en peso de carbono, más preferentemente un 90% o más en peso de carbono, medido antes de la introducción del material cerámico en el cuerpo poroso. Las partículas y/o fibras pueden ser un conjunto ligeramente enlazado de partículas y/o fibras, es decir, las partículas/fibras no están enlazadas químicamente entre sí. Dicho conjunto de partículas o fibras no serán apropiadas para su uso si no se transforma en material de disco de freno. En un aspecto de la invención, el cuerpo poroso puede ser un "cuerpo en verde" compacto, por ejemplo, un cuerpo compuesto por partículas ligeramente enlazadas que han sido presionadas o unidas entre sí. Los inventores han demostrado que al utilizar el proceso de la presente invención, las partículas/fibras se adhieren entre sí y forman un cuerpo adecuado para su uso como disco de freno, es decir, tiene la suficiente durabilidad en condiciones normales de frenado para que se pueda utilizar como un disco de freno.

Se ha demostrado que la cantidad de energía necesaria para formar el material cerámico a partir del material precursor es, en general, mucho menor que en los métodos de la técnica anterior para formar un disco de freno de carbono-carbono. El cuerpo que se forma mediante el método de la presente invención tiene la ventaja de que es mucho menos propenso a la oxidación que los discos de freno de la técnica anterior. Las propiedades de frenado de un disco de freno fabricado con el método de la presente invención se pueden comparar con la técnica anterior y, sorprendentemente, a menudo suponen una mejora respecto a los discos de freno de carbono-carbono.

El cuerpo puede comprender fibras comprimidas de tela, que pueden

estar compuestas de carbono. El cuerpo puede estar compuesto de capas de tela.

Las fibras tienen preferentemente un diámetro transversal promedio de 3 a 20  $\mu\text{m}$ . "El diámetro promedio" es la media aritmética de los diámetros de las fibras. Las fibras se disponen preferentemente en estopas. Las fibras pueden ser de cualquier longitud o mezclas de las mismas. Las fibras y/o estopas pueden ser tejidas o no tejidas. Las fibras pueden estar cosidas o dispuestas de otro modo para formar una disposición tridimensional. El cuerpo poroso puede comprender un material similar al fieltro compuesto de fibras, que comprenden preferentemente carbono. Por material similar al fieltro se entiende que se trata de un material que comprende fibras comprimidas no tejidas.

Una "estopa" es un conjunto de fibras continuas sin torsión. Una estopa puede contener muchas fibras, por ejemplo, cientos o miles. La estopa preferentemente contiene 1000 fibras o más, más preferentemente 5000 fibras o más. Las estopas pueden agruparse, preferentemente sin torcerlas, y cuando adquieren esta configuración se denominan "hilado".

No existe limitación en el porcentaje de volumen de porosidad que contiene el cuerpo poroso. El cuerpo poroso, en la etapa (i), preferentemente tiene una porosidad de un 5 a un 40% en volumen.

Si el cuerpo poroso comprende un material de tela, que puede contener carbono, entonces la densidad aérea del cuerpo poroso, en la etapa (i), es preferentemente de 50 a 2500  $\text{g}/\text{m}^3$ . La densidad aérea es el peso de un material, normalmente de tela, por unidad de superficie y generalmente se expresa en  $\text{g}/\text{m}^2$ .

Preferentemente, las partículas de cerámica comprenden un material seleccionado entre uno o más de los siguientes: alúmina, zirconia, magnesio, itria, carburo de silicio, silicio, carburo de boro, nitruro de boro, boruro de titanio, óxidos de hierro y óxidos de cromo.

Preferentemente, las partículas tienen un tamaño de 10 nm a 100  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 10 nm a 10  $\mu\text{m}$ . lo más preferentemente es que las partículas de cerámica tengan un tamaño medio de 10 nm a 100  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de entre 10 nm a 10  $\mu\text{m}$ . Preferentemente, las partículas de cerámica tienen un tamaño medio de 20 nm a 200 nm. El "tamaño" de una partícula indica su mayor diámetro transversal. El "tamaño medio" de las partículas es la media aritmética del diámetro de las partículas.

Preferentemente, el material precursor comprende una solución de partículas de cerámica. Una "solución" es un coloide en el que las partículas sólidas se dispersan en una fase continua líquida (Diccionario Oxford de Química, Cuarta Edición 2000).

5 Preferentemente, el material precursor tiene un pH de 0,5 a 7.0. Preferentemente, el material precursor tiene un pH de 1 a 5.

Preferentemente, el material precursor comprende un disolvente polar, más preferentemente agua.

10 El cuerpo puede comprender fibras comprimidas de tela, que pueden contener carbono. El cuerpo puede comprender capas de tela.

El material precursor puede comprender entre un 10 y un 30% en peso de partículas cerámicas. El material precursor puede comprender entre un 15 y un 25 % en peso de partículas cerámicas.

15 El material precursor puede introducirse en los poros del cuerpo poroso mediante una o dos técnicas seleccionadas a partir de las siguientes: infiltración al vacío, inmersión del cuerpo, al menos parcialmente, en el material precursor, pintar el cuerpo con el material precursor y pulverizar el cuerpo poroso con el material precursor. Se puede favorecer la introducción del material precursor en el cuerpo poroso mediante la agitación del cuerpo poroso  
20 y precursores) con tratamiento ultrasónico. Preferentemente, se pueden aplicar ondas ultrasónicas con una frecuencia de 20 a 400 KHz, más preferentemente con una frecuencia de 35 a 80 KHz.

25 Las partículas de cerámica del material precursor se depositan preferentemente en los poros mediante la selección de uno de los siguientes: cargar eléctricamente el cuerpo poroso, congelar el cuerpo poroso, introducir un material ácido o alcalino o introducir en los poros un material que contenga partículas con una carga opuesta a la de las partículas de la suspensión.

30 Para efectuar la deposición de las partículas cerámicas, el cuerpo poroso se puede cargar eléctricamente a + / - 3 V o más, preferentemente + / - 10 a 50 V. El cuerpo puede ser cargado eléctricamente durante 1 minuto o más, preferentemente 5 minutos o más, preferentemente 10 minutos o más, preferentemente de 10 a 45 minutos para que se produzca la deposición de las partículas cerámicas. La densidad de la corriente durante la deposición depende del área de superficie de las fibras de carbono y la naturaleza de la  
35 suspensión. Se puede comprometer la tasa de deposición y la uniformidad de

la deposición si se realiza una experimentación simple.

Las partes compuestas del cuerpo poroso, por ejemplo, dos o más capas de material poroso, como la tela, pueden combinarse antes o después de la deposición del material cerámico.

5 Se pueden depositar partículas del material precursor ante la presencia de itria. La itria, en forma de solución, se ha demostrado que facilita la deposición de ciertas partículas cerámicas, en particular, las partículas con carga positiva en suspensión, tales como las partículas de alúmina también suspendidas en una solución. También se ha demostrado que la itria tiene la  
10 ventaja de endurecer el material cerámico depositado, particularmente cuando se hacen reaccionar, endurecer o vitrificar las partículas mediante calentamiento.

La deposición de las partículas del material precursor dentro de los poros del cuerpo poroso se puede facilitar mediante la aplicación de  
15 ultrasonidos al cuerpo poroso, cuando el material precursor, por ejemplo, una solución que contenga partículas cerámicas, se encuentra dentro de los poros del cuerpo poroso. Preferentemente, se pueden aplicar ondas ultrasónicas con una frecuencia de 20 a 400 KHz, más preferentemente con una frecuencia de 35 a 80 KHz.

20 Las partículas del material precursor una vez depositadas en los poros se pueden hacer reaccionar, endurecer o vitrificar para formar el material cerámico.

El cuerpo poroso puede ser moldeado en forma de disco de freno en la etapa (i), y/o durante o después de las etapas (ii) y/o (iii). Se puede aplicar  
25 presión para mantener el cuerpo poroso en forma de disco de freno durante las etapas (ii) y/o (iii).

El material cerámico se puede formar en los poros del cuerpo poroso calentando el cuerpo en la etapa (iii), opcionalmente después de la deposición de las partículas cerámicas y/o fosfato ácido dentro de los poros. El cuerpo se  
30 puede calentar durante un primer período a una temperatura de 100 a 300 ° C, preferentemente durante un período de una hora o más y, a continuación, opcionalmente, durante un segundo período a una temperatura superior, preferentemente a una temperatura de 350 a 370 ° C, preferentemente durante un periodo de una hora o más.

35 Preferentemente, el fosfato ácido comprende uno o más de fosfato ácido

potásico, fosfato ácido calcico, fosfato ácido amónico y fosfato ácido de aluminio.

Preferentemente, el fosfato ácido comprende monofosfato de aluminio. El fosfato ácido se puede vitrificar dentro de los poros del cuerpo poroso para formar el material cerámico. El endurecimiento o la vitrificación del fosfato ácido puede ocurrir ante la ausencia de cualquier otro reactivo, es decir, el fosfato ácido por sí solo puede endurecer o vitrificar.

Preferentemente, el material precursor contiene una suspensión de (i) partículas cerámicas y (ii) fosfato ácido y/o ácido fosfórico.

En el método de la presente invención, se puede introducir por separado en los poros del cuerpo un primer líquido precursor que contiene una suspensión de partículas cerámicas y un segundo líquido precursor que contiene fosfato de ácido y/o ácido fosfórico. Preferentemente, las partículas del primer líquido precursor se depositan en los poros del cuerpo poroso antes de la introducción del segundo líquido precursor. Preferentemente, el cuerpo se seca después de la deposición de las partículas del primer líquido precursor en los poros y antes de la introducción de segundo líquido precursor.

Preferentemente, el cuerpo se calienta para que haga reaccionar, endurecer o vitrificar las partículas de cerámica y el fosfato ácido depositados. Las condiciones normales de endurecimiento pueden variar en función del ácido fosfato usado, pero preferentemente el cuerpo se calienta durante un primer periodo de 1 a 2 horas a una temperatura baja (por ejemplo de 100 a 130° C) y, a continuación, durante un segundo período a una temperatura superior (por ejemplo de 350 a 370° C).

El fosfato ácido puede reaccionar en los poros ante la presencia de un óxido de metal para formar el material cerámico, que comprende una cerámica de fosfato enlazada químicamente.

El óxido de metal puede ser un óxido de metal divalente o trivalente.

El óxido de metal preferentemente comprende uno o más de óxido de aluminio, óxido de calcio, óxido de hierro, óxido de magnesio y óxido de zinc.

Con el método de la presente invención se puede obtener un cuerpo poroso que contiene dentro de sus poros una cerámica de fosfato enlazada químicamente.

Con el método de la presente invención también se puede obtener un método para la fabricación de un cuerpo poroso, en donde la cerámica de

fosfato enlazada químicamente se forma in situ en los poros del cuerpo poroso.

"Cerámica de fosfato enlazada químicamente" es un término de la técnica e incluye materiales formados a partir de una reacción entre un ácido de fosfato y un óxido de metal. Las cerámicas de fosfato enlazadas químicamente y sus métodos de síntesis se muestran en un documento titulado  
5 *Chemically Bonded Phosphate Ceramics* de SY Jeong y A.S. Wagh, publicado en *Materials Technology* en junio de 2002. El contenido de este documento incluye, particularmente, el método de síntesis de las cerámicas de fosfato magnésico, las cerámicas de fosfato aluminico y las cerámicas de fosfato de  
10 hierro. Un "fosfato ácido" es una especie química que comprende un ion del fosfato y al menos un ion del hidrógeno, por ejemplo,  $\text{HPO}_4^{2-}$ . El fosfato ácido, por lo general, incluirá además un ion metálico. El monofosfato de aluminio tiene la fórmula  $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$ .

La cerámica de fosfato enlazada químicamente puede rellenar parcial o  
15 totalmente algunos o todos los poros del cuerpo poroso.

Preferentemente, la cerámica de fosfato enlazada químicamente comprende una cerámica de fosfato de metal divalente o trivalente enlazada químicamente. Una "cerámica de fosfato enlazada químicamente" es una cerámica de fosfato enlazada químicamente que comprende el citado metal,  
20 que puede formarse a partir del fosfato ácido del citado metal. Preferentemente, la cerámica de fosfato enlazada químicamente comprende una o más de las siguientes: cerámica de fosfato de magnesio enlazada químicamente, cerámica de fosfato de alúmina calcica enlazada químicamente, cerámica de fosfato de zinc enlazada químicamente, cerámica de fosfato de  
25 aluminio enlazada químicamente y cerámica de fosfato de hierro enlazada químicamente. En particular, se prefiere una cerámica de fosfato de aluminio enlazada químicamente, preferentemente formada a partir de una reacción entre óxido de aluminio (alúmina) y hidrogenofosfato de aluminio.

La cerámica de fosfato enlazada químicamente puede contener otros  
30 materiales, preferentemente materiales cerámicos, que pueden ser en forma de polvo. En el método de fabricación del cuerpo poroso tal como se define en este documento, estos materiales adicionales y los precursores de las cerámicas de fosfato enlazadas químicamente se pueden introducir en el cuerpo poroso, ya sea por separado o en combinación entre sí. Estos  
35 materiales adicionales pueden contribuir a las propiedades físicas o mecánicas

del materia), pero no se trata necesariamente de reactivos para la formación de cerámicas de fosfato enlazadas químicamente (CBPC), aunque pueden estar físicamente interconectadas con la CBPC. Preferentemente, aunque no de forma exclusiva, estos materiales adicionales comprenden cerámicas como el

5 óxido de aluminio, carburo de silicio, sílice, óxido de magnesio, carburo de boro, nitruro de boro, boruro de titanio, itria, óxidos de hierro y óxidos de cromo, o cualquier combinación de los mismos.

Preferentemente, el cuerpo comprende un material de carbono, más preferentemente un compuesto carbono-carbono, y el cuerpo contiene una

10 cerámica de fosfato de aluminio enlazada químicamente dentro de sus poros.

El cuerpo tiene preferentemente una porosidad del 5 al 40% en volumen, la porosidad se mide antes de la introducción de la cerámica de fosfato enlazada químicamente o de la formación de la cerámica de fosfato enlazada químicamente en los poros.

15 Con el método de la presente invención se puede además obtener un disco de freno que comprende un cuerpo poroso tal como se define en este documento.

Tal como se menciona anteriormente, con el método de la presente invención se puede obtener un cuerpo poroso que contiene una cerámica de

20 fosfato enlazada químicamente dentro de sus poros, tal como se define en este documento, mediante la formación de cerámica de fosfato enlazada químicamente in situ en los poros del cuerpo poroso.

Los reactivos y las condiciones de reacción para hacer la cerámica de fosfato enlazada químicamente pueden ser los que se describen en el

25 documento *Chemically Bonded Phosphate Ceramics* de SY Jeong y A.S. Wagh, publicado en *Materials Technology* en junio de 2002. En este artículo se describe e ilustra la reacción entre los óxidos metálicos y fosfatos ácidos escasamente solubles por medio de ejemplos de las reacciones más comunes estudiadas hasta el momento.

30 La cerámica de fosfato enlazada químicamente se forma a partir de precursores, estos precursores preferentemente comprenden un fosfato ácido y un óxido de metal. Los precursores pueden estar en agua, ya sea en forma de solución o suspensión.

Preferentemente, el fosfato ácido comprende uno o más de fosfato ácido

35 potásico, fosfato ácido cálcico, fosfato ácido amónico y fosfato ácido de

aluminio. En particular, se prefiere el fosfato ácido de aluminio (hidrogenofosfato de aluminio).

El óxido de metal es preferentemente un óxido de metal bivalente o trivalente, más preferentemente un óxido de metal escasamente soluble. El  
5 óxido de metal preferentemente tiene un producto de solubilidad,  $pK_{sp}$ , en agua de 10 a 50. El óxido de metal puede comprender uno o más de los siguientes: óxido de aluminio, óxido de calcio, óxido de hierro, óxido de magnesio y óxido de zinc. Particularmente se prefiere el óxido de aluminio.

El óxido de metal puede estar en solución y/o en forma de suspensión  
10 de partículas sólidas en un líquido, tal como se describe en este documento.

Si se utiliza un óxido de metal divalente, por ejemplo, óxido de magnesio, preferentemente se calcina el óxido de metal divalente, preferentemente a una temperatura de unos 1300 ° C o superior de modo que  
15 cristalicen bien los granos y los microporos de los granos se puedan eliminar sustancialmente. Esto reduce la solubilidad del óxido de metal divalente, en particular el óxido de magnesio, a un nivel en el que se obtienen mejores rendimientos de la cerámica de fosfato enlazada químicamente.

Si se utiliza el óxido de aluminio, preferentemente la reacción para formar la cerámica de fosfato enlazada químicamente se realiza a una  
20 temperatura elevada, preferentemente a una temperatura de 100 a 200° C, más preferentemente de 118° C a 170° C. aún más preferentemente alrededor de 150° C. Esto aumenta la solubilidad del óxido de aluminio de modo que se mejora el rendimiento de la cerámica de fosfato enlazada químicamente.

Si se utiliza el  $Fe_2O_3$  como óxido de metal trivalente, preferentemente  
25 una pequeña cantidad de hierro elemental, ya que esto convierte el hierro trivalente en hierro bivalente, se mejora la solubilidad total del hierro en solución y por lo tanto mejora el rendimiento de la cerámica de fosfato enlazada químicamente.

Los precursores de la cerámica de fosfato enlazada químicamente  
30 pueden comprender uno o más de los siguientes: carburo de silicio, sílice, carburos de boro, nitruros de boro y boruros de titanio. Los precursores también pueden contener además desfloclantes o material retardante, como el ácido bórico.

El fosfato ácido puede constituir menos del 40% en peso de la masa  
35 total de los precursores de la cerámica de fosfato enlazada químicamente.

Preferentemente, el cuerpo tiene una porosidad interconectada abierta y los precursores de la cerámica de fosfato enlazada químicamente se introducen en, al menos, algunos de los poros interconectados del sustrato poroso antes de la formación de la cerámica de fosfato enlazada químicamente en los poros.

Al menos dos, y posiblemente todos, de los precursores de la cerámica de fosfato enlazada químicamente se pueden mezclar entre sí y la mezcla resultante se puede introducir en los poros del cuerpo poroso antes de la formación de la cerámica de fosfato enlazada químicamente. Los precursores pueden ser el fosfato ácido y el óxido de metal.

Al menos dos, y posiblemente todos, de los precursores de la cerámica de fosfato enlazada químicamente se pueden introducir en los poros del cuerpo poroso por separado. Por ejemplo, el fosfato ácido y el óxido de metal se pueden introducir por separado.

Los precursores pueden ser endurecidos mediante la aplicación de calor para formar o fortalecer la cerámica de fosfato enlazada químicamente.

Los precursores de la cerámica de fosfato enlazada químicamente se pueden introducir en los poros del cuerpo poroso mediante uno o más de los siguientes: pulverizar el cuerpo poroso con los precursores, sumergir el cuerpo poroso en una mezcla de los precursores, pintar el cuerpo poroso con los precursores, infiltrar al vacío los precursores en el cuerpo poroso e infiltrar a presión los precursores en el cuerpo poroso. Preferentemente, los precursores se introducen primero pulverizando los precursores sobre al menos una superficie del cuerpo poroso y luego se mezclan en el interior del cuerpo mediante infiltración de vacío.

Con el método de la presente invención se puede obtener un cuerpo poroso que contiene una cerámica de fosfato enlazada químicamente dentro de sus poros.

Con el método de la presente invención se obtiene además material con un componente de fricción, por ejemplo, para el uso como disco de freno o placa de embrague.

La combinación de dos o más tipos diferentes de cerámica de fosfato enlazada químicamente (CBPC) se puede realizar en los poros del cuerpo poroso.

Las propiedades del cuerpo poroso que contiene la CBPC en sus poros

dependerán de la cantidad de CPBC que hay en los poros y la constitución de la CPBC. La cantidad y el contenido de CPBC pueden determinarse de acuerdo con las propiedades que se desea que tenga el cuerpo poroso resultante.

5 Los precursores preferentemente adquieren la forma que les permite obtener la fluidez suficiente para infiltrarse en el cuerpo poroso (esto también depende del método de infiltración), por ejemplo en la solución y/o suspensión de un disolvente, como el agua. Tal como se mencionó anteriormente, el material también puede contener desfloculantes, agentes dispersantes y otros  
10 aditivos diseñados para optimizar la fluidez y la estabilidad, como es bien sabido por los expertos en la técnica de controlar las suspensiones acuosas de polvos finos. El agente de dispersión puede ser de la serie Dispex de los agentes dispersantes fabricados por CIBA.

La fracción del tamaño de los óxidos de metal se selecciona para  
15 optimizar la incorporación en el cuerpo poroso y la velocidad y el alcance de la reacción de la CBPC. Si el material infiltrado está compuesto de varios óxidos de metal diferentes, cada material en polvo puede ser de una fracción de tamaño diferente; de forma similar, si se utiliza un único óxido de metal, el óxido de metal puede contener materiales en polvo de dos o más fracciones de  
20 tamaños diferentes.

El término "carbono" se utiliza en sentido genérico e incluye tanto el carbono amorfo como el grafito cristalino.

Después de la infiltración, todo el cuerpo puede endurecerse mediante un ciclo de calentamiento adecuado para la reacción o combinación de  
25 reacciones de la CBPC en particular, que se utilizarán y optimizarán para la combinación determinada de partículas y materiales en polvo utilizados en la mezcla infiltrada. De manera alternativa, la CBPC se puede endurecer a temperatura ambiente (por ejemplo, 20 ° C) o por debajo de la temperatura ambiente, incluidos los procesos de congelación.

30 Preferentemente, la superficie del cuerpo tiene un acabado de superficie fino, y preferentemente tiene una rugosidad de la superficie media por encima de 5µm Rz. Preferentemente, la superficie del cuerpo tiene una rugosidad de la superficie media menor a 30µm Rz. Preferentemente, la rugosidad de la superficie media es de 5 a 30µm Rz. El acabado de la superficie se puede  
35 alterar mediante técnicas conocidas por los expertos en la técnica.

El acabado de la superficie de los discos también se puede realizar mediante técnicas tales como el ranurado, corte o perforación de los discos, métodos conocidos por los expertos en la técnica a fin de mejorar el rendimiento de frenado. El grado de impregnación se puede controlar en diferentes partes del disco mediante procesos tales como el enmascaramiento, de este modo se puede variar el flujo de energía térmica en el disco.

Con el método de la presente invención, preferentemente la etapa (iii) se forma un disco de freno.

El material para formar un disco de freno fabricado según el método de la presente invención puede comprender un cuerpo poroso que contenga dentro de sus poros un material cerámico, en donde el material cerámico está sustancialmente presente en, al menos, una parte del cuerpo poroso.

Si el cuerpo poroso tiene la forma de disco con la superficies primera y segunda opuestas en el plano del disco, el material cerámico puede, en al menos una porción del disco (u opcionalmente en todo el disco) estar sustancialmente presente en todo el disco desde la primera a la segunda superficie. En otras palabras, cuando se realiza una sección transversal a través de esa parte del cuerpo poroso, se verá que el material cerámico está presente en toda esa parte, desde la primera a la segunda superficie, preferentemente en una concentración sustancialmente consistente (masa de material cerámico por unidad de volumen del cuerpo poroso, por ejemplo g/cm<sup>3</sup>), por ejemplo, preferentemente la concentración de material cerámico no variará en más del 20% de la primera superficie a la segunda superficie. Preferentemente, en una porción del disco donde el material cerámico está presente en o justo por debajo de la primera y segunda superficie, la concentración de material cerámico para un determinado centímetro cúbico (o más preferentemente una unidad de volumen de 125 mm) en cualquier punto entre la primera y la segunda superficie del cuerpo poroso en esa parte del disco no será cero. Durante la preparación de este tipo de disco, se pueden enmascarar varias partes del disco durante el proceso de síntesis para evitar la infiltración del material cerámico en el disco.

La expresión "sustancialmente en todo el cuerpo poroso" incluye, pero no se limita, un cuerpo poroso que tiene menos de 3 mm entre los poros que contienen el material cerámico, preferentemente menos de 2 mm, aún más preferentemente inferior a 1 mm, entre los poros que contiene el material

cerámico.

La ventaja de la presencia en el material cerámico de una concentración bastante consistente en los poros del cuerpo, desde la primera a la segunda superficie es que, durante su uso, las propiedades de desgaste y/o de fricción del cuerpo permanecen relativamente constantes a medida que la superficie de fricción (es decir, la primera o la segunda superficie) del cuerpo se desgasta durante su uso.

Con el método de la presente invención se puede obtener un material para fabricar un disco de freno que comprende un cuerpo poroso y que dentro de sus poros contiene uno o más de los siguientes componentes seleccionados:

- (i) cerámica de fosfato enlazada químicamente;
- (ii) un material cerámico que ha sido depositado dentro de los poros a partir de una o más suspensiones líquidas que contienen partículas de uno o más materiales cerámicos;
- (iii) un material cerámico moldeable mediante el depósito dentro de los poros de las partículas de un material cerámico inicial procedente de una suspensión líquida seguida de la reacción de estas partículas con fosfato de monoaluminio; y
- (iv) un material cerámico moldeable mediante la vitrificación del fosfato de monoaluminio dentro de los poros.
- (v) un material cerámico de fosfato enlazado químicamente moldeable in situ mediante los reactivos introducidos por separado en el cuerpo poroso.

Con el método de la presente invención se puede obtener una placa de embrague. Sólo una porción de la placa de embrague puede comprender el material de la presente invención. La placa de embrague puede tener primera y segunda superficie en los lados opuestos de la placa y, al menos, en una porción de la placa, el material de la presente invención está sustancialmente presente en toda la porción de la placa desde la primera a la segunda superficie, de manera análoga a la del freno de disco descrito anteriormente.

Con el método de la presente invención se puede obtener una pila de discos de freno múltiples que comprende uno o más discos de freno. Una "pila de discos de freno múltiples" es un conjunto de dos o más discos de freno. No es necesario que todos los discos de freno de la pila se fabriquen de acuerdo con el método de la presente invención. Por ejemplo, los discos alternos de la

pila pueden fabricarse de acuerdo con el método de la presente invención.

Con el método de la presente invención se puede obtener un sistema de fricción que comprende dos componentes acoplables por fricción, donde al menos uno de los componentes se fabrica de acuerdo con el método de la  
5 presente invención. Uno de los componentes puede ser un disco de freno y el otro componente puede ser una pastilla de freno, dicho disco de freno se fabricará de acuerdo con el método de la presente invención. De manera alternativa, uno o ambos componente es/son una placa de embrague.

Ambos componentes acoplables por fricción se pueden fabricar de  
10 acuerdo con el método de la presente invención o sólo uno de ellos. Preferentemente, uno o ambos componentes acoplables por fricción tiene una rugosidad de la superficie media de  $30\mu\text{m Rz}$  o menos, preferentemente en la superficie con la que un componente se acopla al otro componente.

La pastilla de freno puede comprender materiales que no se fabrican  
15 según el método de la presente invención. La pastilla de freno puede comprender un material de pastillas de freno convencional, que puede incluir materiales como los abrasivos, por ejemplo, alúmina o silicio, lubricantes, por ejemplo, grafito o un tipo de sulfuro, cargas, elastómeros, metales, fibras poliméricas y resinas de unión. Las pastillas de freno se pueden montar en una  
20 pinza de freno de manera convencional.

Si el cuerpo es o forma parte de un disco de freno, los diversos aspectos del rendimiento del disco se pueden mejorar mediante el control de las operaciones del acabado de la superficie realizadas en el disco. En particular, se puede mejorar el coeficiente de fricción, la "mordida" inicial y el soporte de  
25 los discos mediante la producción de un disco con un acabado de superficie fina (preferentemente con un promedio de rugosidad de la superficie de  $30\mu\text{m Rz}$  o inferior, preferentemente de  $5$  a  $30\mu\text{m Rz}$ ). Preferentemente, al menos las superficies de desgaste del disco tienen que tener una rugosidad de la superficie fina, preferentemente de  $5$  a  $30$  micrones  $Rz$ . La rugosidad de la  
30 superficie media se mide de acuerdo a la norma  $Rz$  ISO, que también se denomina "Altura promedio de la rugosidad en 10 puntos". La rugosidad de la superficie media se calcula promediando la altura de los cinco picos máximos y la profundidad de los cinco valles mínimos respecto de la longitud de medición considerada, utilizando un perfil no filtrado.

35 Se ha demostrado que un disco de freno fabricado de acuerdo con el

método de la invención se puede utilizar con las pastillas de freno hechas a partir de una variedad de materiales diferentes, entre los que se incluyen pastillas de freno orgánicas, orgánico-metálicas, carbono- metálicas, carbono-cerámicas y carbono-carbono conocidas por los expertos en la técnica. Se  
5 prefieren las pastillas de freno de / carbono-carbono adecuadas para su uso en el disco sin procesar (disco sin tratar).

Los diferentes materiales de las pastillas dan claramente una respuesta diferente de frenado que puede o ser o no la deseada.

Los componentes que se fabricar utilizando el cuerpo poroso de la  
10 presente invención incluyen discos de freno y productos similares de fricción.

Más preferentemente, con el método de la invención se obtiene un disco de freno que comprende un cuerpo poroso tal como se define en este documento, en donde el cuerpo comprende un compuesto carbono-carbono y contiene una cerámica de fosfato de aluminio enlazada químicamente dentro  
15 de sus poros.

El cuerpo poroso también se puede utilizar para formar otros componentes para su uso en entornos en los que el componente será sometido a altas presiones y/o altas temperaturas. Tales componentes pueden ser piezas para su uso en las industrias de automoción (incluidos los vehículos  
20 pesados), aeroespacial, ferroviaria, herramientas para maquinaria o en las industrias médica o de la construcción.

La presente invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

### Ejemplos

#### 25 Ejemplo 1

El ejemplo 1 ilustra la formación de la cerámica de fosfato de aluminio enlazada químicamente dentro de los poros de un disco de freno carbono-carbono estándar. Los precursores se infiltran primero en los poros del disco antes de la formación de la cerámica de fosfato enlazada químicamente. El  
30 disco infiltrado tiene un rendimiento superior en comparación con el disco estándar probado en condiciones idénticas.

En este ejemplo se utiliza un disco carbono-carbono con ventilación tal como se utiliza en un coche de Fórmula 1 y fabricado por la industria del carbón. Se puede utilizar cualquier otro tipo de freno carbono-carbono,  
35 incluidos los discos sin ventilación.

La mezcla que se tenía que infiltrar estaba compuesta del 65% (en peso) de polvo de alúmina (F600 y una solución acuosa ácida de monofosfato de aluminio ( $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$ ) con un pH entre 0,60 y 1,0. Estos componentes se mezclaron y pulverizaron sobre las superficies de fricción del disco de manera que hubiese un exceso de mezcla presente. Después, lo que quedó de disco se enmascaró con plástico hermético para poder extraer el vacío a través de los orificios de ventilación dentro del disco (utilizado para la refrigeración cuando el disco está en funcionamiento en un coche). Al aplicar un vacío (< 250 Torr) a esta disposición se extrajo la mezcla de la superficie en la mayor parte del disco. El vacío fue aplicado durante 10 minutos. El exceso de residuos se limpió con agua. Después de la infiltración y la limpieza, se endureció el componente mediante el siguiente ciclo de calentamiento: 1 hora a 100 ° C; se aumentó a 370 ° C a 35°C por hora y se mantuvo a 370 ° C durante una hora más.

El acabado de los discos presentó una rugosidad de superficie media de 10µm Rz, medidos según la norma Rz ISO.

Los discos fabricados con el método anterior se probaron con un dinamómetro de frenado en *Brake Tesling International Ltd* en Hinckley, Reino Unido. Los discos se probaron con una inercia de 16,67 Kg.m<sup>2</sup>, se aplicó una torsión de 1000 Nm y una reducción de la velocidad de 2400 rpm a 800 rpm. Se demostró que después de un total de 500 paradas, el espesor del disco de carbono-carbono estándar había disminuido 1.62 mm, mientras que el espesor del disco tratado había disminuido sólo 0,62 mm. Así, en esta prueba el disco tratado mostró una reducción en el desgaste de más del 60% en comparación con el disco estándar. El rendimiento de la fricción del disco tratado fue comparable con el disco de control.

Se realizaron otras pruebas en un disco similar, infiltrado dos veces y utilizando los mismos parámetros, la rugosidad de la superficie media de los discos fue de 10 µm Rz, medido según la norma ISO Rz. El desgaste se midió con una duración de la prueba más corta de 25 paradas con la inercia más alta de 22,54 Kg/m<sup>2</sup>. El desgaste del control carbono-carbono fue de 0,21 mm y el del disco tratado de 0,02 mm.

Este es el equivalente de 4,2 mm y 0,4 mm respecto a la secuencia de prueba proyectada de 500 paradas. Así, en esta prueba el disco tratado mostró una reducción en el desgaste de más del 90% en comparación con el disco

estándar.

Cabe señalar que la variación de los parámetros de infiltración se puede utilizar para producir la combinación deseada de las características de desgaste y fricción de los discos.

5 Ejemplo 2

Se cortaron círculos de tela de fibra de carbono con un diámetro de 50 mm del material suministrado por *PRF Composites* con las siguientes especificaciones: densidad aérea de aproximadamente  $450 \text{ g/m}^2$ , tejido biaxial formado por dos capas cosidas con orientación de  $45^\circ$ -  $45^\circ$  de  $225 \text{ g/m}^2$ , tamaño de estopa 6K CXOO9.

Dos de estos círculos se sumergieron en un baño con solución de alúmina. La solución de alúmina era NYACOL AL20 suministrada por *Nano Technologies Inc.* La solución contenía el 20% de alúmina en peso suspendida en agua con un tamaño de partículas de 50 nm, pH 4 y una carga positiva.

15 Los dos círculos estaban conectados a un circuito eléctrico de modo que uno de los círculos tenía carga positiva (ánodo) y el otro negativa (cátodo). Se aplicó una tensión de 12V a través de los dos electrodos durante 10 minutos y se observó la formación de un depósito uniforme de gel de alúmina en el cátodo. Se retiró el cátodo del aparato y se sustituyó por un trozo de tela de carbono nuevo. Después, se repitió el procedimiento. Para producir cinco piezas de tela de carbono impregnadas con alúmina se repitió todo el procedimiento cinco veces. Seguidamente, las cinco piezas se secaron al aire durante la noche.

25 Los cinco pedazos secos de tela de carbono se pulverizaron y saturaron con una solución acuosa de fosfato (43,0% en peso) y ácido fosfórico (6,9% en peso). Después, se colocaron uno encima de otro para formar una pila y se colocaron en un molde de aluminio de 50 mm de diámetro.

30 La cavidad del molde era menos profunda que la pila, de este modo se pudo aplicar presión mecánica a la pila de tela de carbono, apretando los tornillos de fijación de la tapa al cuerpo del molde. La profundidad del molde con el material totalmente apretado era de 10 mm.

Seguidamente, el molde y la pila se trataron térmicamente: 1 hora a  $100^\circ \text{C}$ , 1 hora a  $200^\circ \text{C}$ , 1 hora a  $300^\circ \text{C}$  y 1 hora a  $400^\circ \text{C}$  y se dejó enfriar el horno.

35 Se extrajo la pieza acabada del molde y se sometió a una prueba

mecánica de peso no estándar a partir de la que se pudo demostrar una dureza comparable con C/C estándar.

### Ejemplo 3

Se fabricó un disco de freno mediante el uso de tela de fibra de carbono y se trató con una solución de alúmina y una solución de monofosfato de aluminio en ácido fosfórico por separado.

La tela de carbono utilizada en este ejemplo era tela lisa, con una densidad aérea aproximadamente de 900 g/m<sup>2</sup>. El tamaño promedio de las fibras era de 6-9 µm con 48.000 fibras en cada estopa. La tela de fibra de carbono fue suministrada por *Advanced Composites Group* del Reino Unido. Las fibras se fabricaron a partir de una fuente de poliacrilonitrilo (PAN). Antes de su uso, se extrajo el tamaño de las fibras de carbono mediante tratamiento con acetona.

De la tela de carbono se cortaron anillos con un diámetro exterior de 340 mm y con un diámetro interior de 232 mm tal como se muestra en la Figura 1. Se trataron de forma individual de la siguiente manera: el anillo de fibra de carbono (referido como el cátodo) se sujetó en un dispositivo de sujeción de aluminio. Además, en la parte superior e inferior del dispositivo había anillos de fibra de carbono adicionales (conocidos como los ánodos) con forma similar a la del anillo. Los ánodos se volvieron a utilizar para cada uno de los cátodos. La sujeción se dispuso de modo que los planos del cátodo y los ánodos quedaran paralelos y con una separación de 15 mm. El dispositivo de sujeción estaba conectado a un circuito eléctrico, de modo que el ánodo tenía carga positiva y el cátodo carga negativa.

El dispositivo de sujeción se sumergió debajo de la superficie de una solución de alúmina. La solución en particular utilizada era NYACOL AL20 suministrada por *Nano Technologies Inc.* La solución contenía el 20% de alúmina en peso suspendida en agua con un tamaño de partícula de 50 nm, pH de 4 y una carga positiva.

Se aplicó una tensión de 3V entre el cátodo y el ánodo durante 30 min. Se observó una distribución uniforme de la alúmina depositada sobre la superficie del ánodo.

Se sacó el cátodo de la solución y se dejó secar durante varias horas a temperatura ambiente.

El procedimiento anterior se repitió con cinco cátodos independientes.

Se pulverizaron y saturaron con una solución acuosa de monofosfato de aluminio (43,0% en peso) y ácido fosfórico (6,9% en peso) y se presionaron ligeramente. Esta preforma resultante se colocó en una herramienta de aluminio y se envolvió en una unidad de bolsa de vacío del mismo modo que se realiza para la fabricación de compuestos de fibra de carbono impregnada con epoxi. Las herramientas se dispusieron de tal modo que al evacuar la bolsa de vacío se aplicara una presión uniforme a las superficies superior e inferior de la preforma.

Seguidamente, la herramienta montada y la preforma se colocaron en un autoclave (90 psi) y se calentaron de 100° C/hora a 105° C y se mantuvieron a esa temperatura durante una hora antes de dejarlas enfriar al aire.

La preforma y la herramienta montada se extrajeron de la bolsa de vacío y se calentaron adicionalmente de 135° C/hora a 370 ° C, manteniéndolas a 370 ° C durante 4 horas. Después, se dejó enfriar la unidad en el horno.

Por último, se retiró la preforma terminada de la herramienta y se trabajó a máquina para fabricar un disco de freno terminado.

## REIVINDICACIONES

1. Método para formar un material para al menos un componente de un sistema de fricción compuesto por dos componentes acoplables por fricción, el método comprende las etapas de:
  - (i) proporcionar al menos un cuerpo poroso;
  - (ii) introducir en los poros del cuerpo poroso uno o más materiales precursores para formar o depositar un material cerámico; y
  - (iii) formar el material componente mediante la formación o el depósito del material cerámico a partir del material precursor dentro de los poros del cuerpo, en donde el material precursor es un líquido que contiene una suspensión de partículas de cerámica y/o fosfato ácido, y en donde el material precursor se introduce sustancialmente en todo el cuerpo poroso.
2. Método según la reivindicación 1, en el que el cuerpo poroso compuesto por uno o más de los materiales seleccionados entre el carbono, el carburo de silicio y la alúmina.
3. Método según la reivindicación 1 o reivindicación 2, en el que el cuerpo comprende un compuesto carbono-carbono.
4. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (i), el cuerpo poroso puede comprender un conjunto de fibras que contienen carbono.
5. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las partículas cerámicas comprenden un material seleccionado entre uno o más de los siguientes: alúmina, zirconia, magnesio, itria, carburo de silicio, silicio, carburo de boro, nitruro de boro, boruro de titanio, óxidos de hierro y óxidos de cromo.
6. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el material precursor comprende una solución de partículas cerámicas.
7. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que

- el material precursor se introduce en los poros del cuerpo poroso mediante una o más de las siguientes técnicas seleccionadas: infiltración al vacío, inmersión del cuerpo, al menos parcialmente, en el material precursor, pintar el cuerpo con el material precursor y pulverizar el cuerpo poroso con el material precursor.
- 5
8. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las partículas cerámicas del material precursor se depositan en los poros mediante la selección de uno o más de los siguientes medios seleccionados:
- 10 cargar eléctricamente el cuerpo poroso, congelar el cuerpo poroso, introducir un material ácido o alcalino e introducir en los poros un material que contenga partículas con una carga opuesta a la de las partículas de la suspensión.
9. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que
- 15 en la etapa (ii) y/o la etapa (iii) el cuerpo y el material precursor se exponen a un tratamiento ultrasónico.
10. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las partículas del material precursor, una vez depositadas en los poros, se
- 20 pueden hacer reaccionar, endurecer o vitrificar para formar el material cerámico.
11. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el fosfato ácido comprende uno o más de entre los siguientes: fosfato ácido
- 25 potásico, fosfato ácido calcico, fosfato ácido amónico y fosfato ácido de aluminio.
12. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el fosfato ácido comprende monofosfato de aluminio.
- 30
13. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el fosfato ácido se vitrifica dentro de los poros del cuerpo poroso para formar el material cerámico.
- 35 14. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que

el material precursor contiene (i) una suspensión de partículas cerámicas y (ii) fosfato ácido y/o ácido fosfórico.

15. Método según cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 13, en el  
5 que un primer líquido precursor que contiene una suspensión de partículas cerámicas y un segundo líquido precursor que contiene fosfato de ácido y/o ácido fosfórico se introducen por separado en los poros del cuerpo.

16. Método según la reivindicación 15, en el que las partículas del primer  
10 líquido precursor se depositan en los poros del cuerpo poroso antes de la introducción del segundo líquido precursor.

17. Método según la reivindicación 16, en el que el cuerpo se calienta para  
15 hacer reaccionar, endurecer o vitrificar las partículas de cerámica y el fosfato ácido depositados.

18. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que  
20 el fosfato ácido se hace reaccionar en los poros ante la presencia de un óxido de metal para formar el material cerámico, que comprende una cerámica de fosfato enlazada químicamente.

19. Método según la reivindicación 18, en el que el óxido de metal es un  
óxido de metal divalente o trivalente.

20. Método según la reivindicación 18, en el que el óxido de metal  
25 comprende uno o más de óxido de aluminio, óxido de calcio, óxido de hierro, óxido de magnesio y óxido de zinc.

21. Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, con el  
30 que en la etapa (iii) o tratamiento posterior se puede formar:

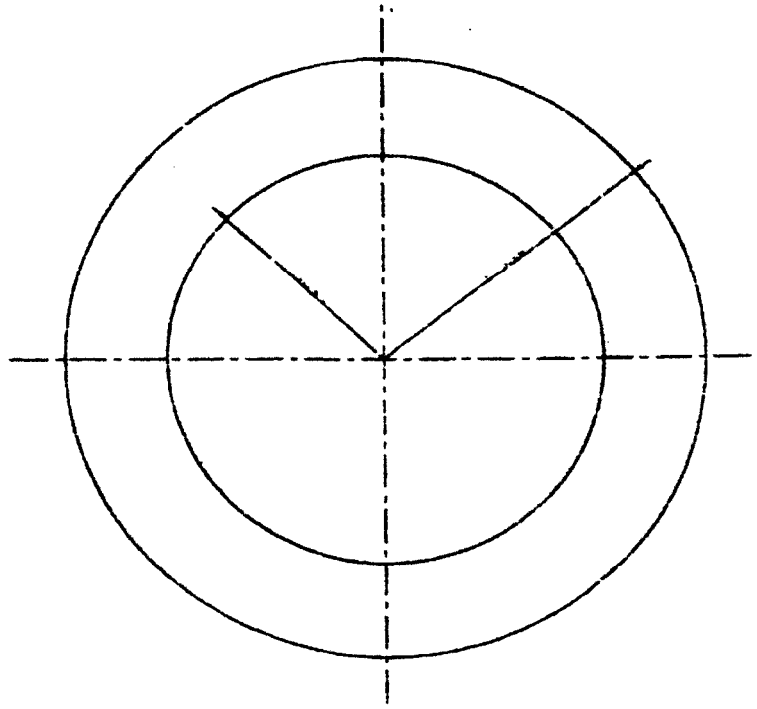
- (a) un disco de freno;
  - (b) una placa de embrague; o
  - (c) una pila de discos de freno múltiples;
- a partir del material componente.

22. Método según la reivindicación 21, en el que la rugosidad de la superficie media del disco de freno formado es de  $30\mu\text{m Rz}$  o menos.

5 23. Método según cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a 20, en el que con el método comprendido en la etapa (i) se pueden obtener dos o más cuerpos porosos y los cuerpos porosos se colocan juntos para formar un cuerpo poroso combinado, y llevar a cabo las etapas (ii) y (iii) en el cuerpo poroso combinado para formar el material.

10 24. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, en el que con el método se obtienen dos o más cuerpos porosos y los cuerpos porosos se colocan juntos para formar un cuerpo poroso combinado. que puede ser una pila de discos de freno múltiples, en la que, al menos, uno de los cuerpos porosos contiene un material cerámico dentro de sus poros.

15



**Fig. 1**