

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

5 MAR. 1979

(11) NUMERO	473.631
(21) FECHA DE PRESENTACION	23-9-1978

(10) A1

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
836.782	26-9-1978	EE.UU.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B22F	

(64) TITULO DE LA INVENCION
"UN METODO PARA FORMAR UN ARTICULO NO REFRACTARIO, INFILTRADO, MONOLITICO Y CONFIGURADO"

(71) SOLICITANTE (ES)	(U.S.S.N.836.782 File 913.927)
MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING COMPANY	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
3M Center, Saint Paul, Minnesota 55101, EE.UU.

(72) INVENTOR (ES)
Kenneth Robert Dillon y Richard Louis Terchek

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE	(P.-69.848)
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ	

jga

1                    //            Esta invención se refiere a un procedimiento pa-  
ra formar artículos metálicos moldeados, infiltrados, he-  
chos a partir de polvos metálicos, y a los artículos así  
5                    producidos. En otro aspecto, se refiere a un procedimien-  
to para producir artículos metálicos moldeados, infiltra-  
dos, utilizando polvos metálicos y un aglomerante que con-  
siste en un material termoplástico. En un aspecto adicio-  
nal, se refiere a un procedimiento de pulvimetalurgia pa-  
ra formar moldes o matrices, y a los artículos así produ-  
10                    cidos. En otro aspecto adicional, se refiere a un procedi-  
miento para producir prótesis dentales y a los artículos  
así producidos.

15                    En la técnica de la pulvimetalurgia se ha des-  
crito un progreso importante en la patente de Estados Uni-  
dos número 3.823.002 (Kirby y otros). Kirby y otros descri-  
ben la producción de artículos refractarios moldeados, a  
partir de una mezcla plástica de gránulos multi-modales re-  
fractarios y de un aglomerante orgánico termoplástico fu-  
gaz, la cual mezcla se configura para formar un artículo  
20                    en bruto, que se calienta para eliminar el aglomerante y  
formar un esqueleto poroso, que tiene istmos no percepti-  
bles entre los mayores gránulos contiguos presentes en el  
esqueleto, siendo infiltrado después este último con un  
material de infiltración fundido de un segundo metal con  
25                    un punto de fusión inferior a la mitad del correspondiente  
al polvo refractario.

30                    Dicho de un modo breve, esta invención compren-  
de, en un aspecto, moldear una masa plástica que consiste  
en una mezcla de polvo metálico no refractario y esférico  
y un aglomerante orgánico que desaparece por el calor,

1 - que consiste en un material termoplástico, para formar un  
artículo en bruto reproducción de un original, calentar el  
artículo en bruto moldeado para expulsar o eliminar el  
aglomerante, y sinterizar ligeramente las partículas no  
5 refractarias y formar un artículo de esqueleto monolítico,  
no refractario, poroso, que tiene istmos entre las partí-  
culas contiguas del mismo, e infiltrar el artículo de es-  
queleto con una masa fundida de metal que tiene un punto  
de fusión, el cual es por lo menos 25° Kelvin inferior al  
10 punto de fusión más bajo de dicho polvo metálico, esférico,  
no refractario de más bajo punto de fusión.

El artículo metálico, monolítico, configurado,  
resultante de esta invención es un artículo infiltrado ho-  
mogéneo, que comprende como porción principal, una primera  
15 fase continua de partículas metálicas, no refractarias,  
esféricas, que están integradas metalúrgicamente por sus  
puntos contiguos de contacto en forma de un esqueleto de  
glóbulos interconectados con istmos perceptibles, cuando  
se contempla con un microscopio óptico, entre sus partícu-  
20 las contiguas más grandes, y una segunda fase continua de  
un metal que tiene un punto de fusión de por lo menos 25°  
Kelvin inferior al punto de fusión más bajo de las partí-  
culas no refractarias, esféricas, de más bajo punto de fu-  
sión, y ocupa el volumen de dicho artículo no ocupado por  
25 dicho esqueleto de partículas esféricas, comprendiendo di-  
cho artículo de este modo dos matrices entremezcladas y  
estando substancialmente exento de huecos.

A menos que el contexto indique otra cosa, el  
término "homogéneo" tal como se utiliza aquí significa que  
30 cuando una sección transversal representativa, bien sea de

1 - la porción interior o de la porción periférica del artículo infiltrado y moldeado, se examina con un microscopio óptico, con un aumento para el cual son discernibles las dos fases, por ejemplo 150X, no aparece ninguna desviación importante en el número de partículas esféricas no refractarias en una zona dada, y que el material de infiltración está uniformemente dispersado alrededor de y entre las partículas esféricas no refractarias, y que no existe ningún eje único de densificación de la partícula esférica en ninguna porción del artículo (especialmente en la porción periférica, es decir, la porción adyacente a la superficie del artículo), tal como el que indica el uso de presión para introducir coherencia en las partículas metálicas esféricas no refractarias. Estos artículos homogéneos están esencialmente libres de defectos interiores y superficiales y, por lo tanto, muestran unas propiedades físicas, químicas, eléctricas y mecánicas, uniformes. Además, las dos matrices homogéneas entremezcladas comunican propiedades adicionales deseables, por ejemplo, resistencia al desgaste y al choque.

En el procedimiento de esta invención tiene lugar alguna contracción. La magnitud exacta de la contracción que tiene lugar depende de los parámetros de procedimiento elegidos, especialmente del material utilizado para producir un molde a partir del original, y de la temperatura a la cual se efectúa la ligera sinterización. Una vez que ha sido determinada la magnitud de la contracción del procedimiento, para parámetros de procedimiento dados, puede ser compensada aquella, por ejemplo, mecanizando un original a un tamaño sobredimensionado. Compensando la con

1 - tracción de procedimiento puede obtenerse una tolerancia  
de precisión, es decir el porcentaje de desviación del ar-  
tículo infiltrado final en relación con la especificación  
5 del proyecto, superior a aproximadamente  $\pm 0,2\%$ , por  
ejemplo  $\pm 0,1\%$ .

La homogeneidad y la tolerancia de precisión de  
los artículos metálicos no refractarios de esta invención,  
significan que estos artículos son particularmente adecua-  
dos para aplicaciones en las que son deseables tolerancias  
10 dimensionales estrictas, tales como artículos con configu-  
raciones intrincadas o complejas y superficies con detalles  
finos, por ejemplo, prótesis dentales y matrices o moldes  
para el moldeo por inyección.

En el dibujo que se acompaña,  
15 la figura 1 es un diagrama de procesos que mues-  
tra la fabricación de un artículo moldeado de esta inven-  
ción; y

la figura 2 es un esbozo a pluma de una fotomicro-  
grafía de un esqueleto no refractario infiltrado de un ar-  
tículo moldeado de esta invención.  
20

En la práctica de esta invención, se utiliza un  
polvo metálico compuesto por partículas esféricas de metal  
no refractario, para producir un esqueleto o matriz monolí-  
ticos de la misma. "No refractario" tal como se utiliza  
25 aquí el término, significa metales con temperaturas de fu-  
sión en el margen de aproximadamente  $1.000^{\circ}\text{C}$  a  $1.800^{\circ}\text{C}$  ( $1273^{\circ}$   
Kelvin a  $2.073^{\circ}$  Kelvin). "Esférico" tal como se utiliza  
aquí, significa esencialmente esférico e incluye esferoi-  
dal, achatado o alargado. Una desviación pequeña de la es-  
fericidad exacta no afecta perjudicialmente al uso de los  
30

1 - polvos en esta invención. Los metales no refractarios re-  
presentativos y utilizables en esta invención, incluyen  
hierro, cobalto y níquel y sus aleaciones. Los elementos  
de aleación típicos para tales aleaciones incluyen cromo,  
5 molibdeno, wolframio, carbono, silicio y boro, y combina-  
ciones de los mismos. A menos que se indique otra cosa,  
ha de entenderse que el término "metal" tal como se utili-  
za aquí, incluye el metal elemental y las aleaciones. La  
producción de partículas metálicas esféricas utilizables  
10 en la práctica de esta invención, se describe en la técni-  
ca, por ejemplo, patentes de Estados Unidos 3.988.524,  
3.258.817 y 3.041.672. Las partículas esféricas o los pol-  
vos, no refractarios, comercialmente asequibles, que pue-  
den utilizarse en esta invención, incluyen las aleaciones  
15 números 1, 21 y 157 vendidas por Cabot Corp. bajo la marca  
"Stellite", la aleación Co-6 de Special Metals Corporation  
vendida bajo la marca "Vertx", y el acero inoxidable tipo  
410 (especificación del American Iron and Steel Institute).  
Estos polvos comercialmente asequibles, muestran general-  
20 mente una curva de distribución de tamaños mono-modal y  
comprenden una mezcla de fracciones de tamaños de partícu-  
la pequeños y de fracciones de tamaños de partícula gran-  
des. Debido a la posibilidad de adquirirlos comercialmente  
estos polvos mono-modales se prefieren en la práctica de  
25 esta invención y se pueden conseguir las propiedades de  
los artículos moldeados de esta invención, sin que sea ne-  
cesario el uso de polvos multimodales. Se pueden utilizar  
en la práctica de esta invención mezclas de estos polvos  
comercialmente asequibles. El tamaño de los polvos metáli-  
cos esféricos utilizables en esta invención, es una amplia  
30

1 - distribución de partículas de diámetro de aproximadamente  
1 a 200 micrometros, prefiriéndose, para un acabado super-  
ficial óptimo, las de un diámetro inferior a 44 microme-  
5 tros. Las partículas metálicas esféricas comercialmente  
asequibles pueden contener una pequeña proporción de par-  
tículas con un diámetro inferior a 1 micrometro; tales  
partículas pequeñas no afectan perjudicialmente a esta in-  
vención, mientras la proporción de tales partículas no sea  
10 suficiente para evitar el contacto entre las partículas  
mayores presentes y, por lo tanto, para interferir con una  
compactación eficaz. El área superficial calculada de las  
partículas esféricas que caen dentro del margen de tamaños  
preferido en la práctica de esta invención, es de aproxi-  
madamente  $1,8 \times 10^{-2} \text{ m}^2/\text{g}$  a  $14,2 \times 10^{-2} \text{ m}^2/\text{g}$ .

15. La geometría superficial deseada del artículo  
moldeado infiltrado, será un factor principal para la de-  
terminación del tamaño de partícula y de la distribución  
de tamaño de las partículas esféricas a utilizar en la pro-  
20 ducción de tales artículos. Si se desea un detalle intrin-  
cado o un alto acabado superficial, la distribución de ta-  
maños de partícula escogida tendrá una mayor proporción de  
partículas de pequeño diámetro; a la inversa, si se requie-  
re poco detalle o un acabado superficial basto, se puede  
emplear una distribución con una mayor proporción de partí-  
25 culas esféricas de gran diámetro.

El uso de partículas metálicas esféricas produ-  
ce varias ventajas importantes en comparación con las par-  
tículas metálicas de configuración irregular. Los gránulos  
de configuración irregular, debido a la posibilidad de múl-  
30 tiples contactos entre partículas entre cualesquiera dos  
2108

1 - partículas dadas, tienden a formar puentes mecánicos entre  
partículas, que afectan de manera perjudicial a sus carac-  
terísticas de fluidez. Por el contrario, dos partículas  
cualesquiera esféricas son capaces de un solo contacto en-  
5 tre partículas y, por lo tanto, no se puentean mecánicamen-  
te. De aquí que las partículas de configuración irregular  
ni fluyen tan fácilmente, ni rellenan intrincados detalles  
del molde, de un modo tan completo como las partículas es-  
féricas, incluso cuando son sometidas aquellas a vibracio-  
10 nes.

Con las partículas esféricas es posible cargar  
más el aglomerante orgánico. La expresión "cargar" se re-  
fiere a la masa de partículas que puede contener una can-  
tidad dada de aglomerante orgánico reblandecido. Las par-  
15 tículas esféricas se compactan con mayor eficacia que las  
partículas de configuración irregular y, por lo tanto, se  
necesita menor cantidad de aglomerante para una masa dada  
de partículas esféricas. Una mejor compactación produce  
también esqueletos metálicos con una porosidad más unifor-  
20 me, antes de la infiltración. Por "porosidad" se quiere  
significar los pasos intersticiales entre las partículas  
metálicas esféricas ligeramente sinterizadas que componen  
el esqueleto (o primera fase continua).

El volumen del artículo infiltrado que ha de ocu-  
25 par el esqueleto de partículas metálicas esféricas, deter-  
minará también el tamaño de partícula y la distribución de  
tamaños de las partículas elegidas. El artículo infiltrado  
contendrá como porción principal del mismo, partículas me-  
tálicas esféricas ligeramente sinterizadas, con por lo me-  
30 nos un 60% en volumen preferiblemente, (y más preferible-

1 mente, por lo menos un 65% en volumen) y que no exceda de  
aproximadamente 80% en volumen de partículas metálicas es-  
féricas. El porcentaje en volumen del artículo que ocupan  
5 las partículas metálicas esféricas, está regulado por el  
grado de carga del aglomerante orgánico. La variación del  
tamaño de partícula y de la distribución de tamaños, para  
ajustar la carga, se conoce en la técnica: por ejemplo  
véase R.K. McGeary, J. Am. Ceram. Soc. 44, 513-22 (1961).

10 Los aglomerantes orgánicos adecuados para ser  
utilizados en esta invención, son aquellos que funden o se  
reblandecen a temperaturas bajas, por ejemplo, inferiores  
a 180°C, preferiblemente inferiores a 120°C, prestando así  
a la mezcla de aglomerante orgánico y polvo metálico unas  
15 buenas propiedades de fluidez cuando se calienta, y permi-  
tiendo aún que la mezcla de aglomerante y polvo se solidi-  
fique a la temperatura ambiente, de tal manera que un artí-  
culo en bruto moldeado a partir de aquélla pueda ser mani-  
pulado normalmente con facilidad sin que se aplaste ni se  
deforme. Los aglomerantes utilizados en esta invención,  
20 son aquéllos fugaces con el calor, es decir, los que se  
quemán o se volatilizan cuando se calienta el artículo en  
bruto, sin provocar presiones internas sobre el artículo  
de esqueleto no refractario resultante, debido a su vapo-  
rización, y sin dejar ningún residuo sustancial de aglome-  
25 rante sobre el artículo de esqueleto que resulta de dicha  
operación de calentamiento.

Los materiales termoplásticos orgánicos, o las  
mezclas de materiales termoplásticos orgánicos con materia-  
les termoendurecibles orgánicos, se mezclan con los polvos  
30 metálicos esféricos no refractarios, para formar una masa

1 - moldeable, similar a la pasta o plástica, cuando se calien  
ta la mezcla de polvo y aglomerante resultante. Ejemplos  
de aglomerantes termoplásticos incluyen las parafinas, por  
ejemplo "Gulf Wax" (parafina refinada de calidad para usos  
5 domésticos), una combinación de parafina con un polietile-  
no de bajo peso molecular, mezclas que contienen ácidos  
oleico o esteárico o ésteres de alcohol inferior de los  
mismos, por ejemplo "Emerest" 1642 (diestearato de poli-  
etilenglicol, peso molecular medio de 400), así como otras  
10 substancias ceras y parafínicas, que tienen las caracte-  
rísticas de reblandecimiento y de fluidez de la parafina.

Los materiales termoendurecibles representati-  
vos, que pueden ser utilizados en combinación con los ma-  
teriales termoplásticos, como aglomerantes, incluyen las  
15 resinas epoxídicas, por ejemplo, los éteres diglicídicos  
de bisfenol A, tales como 2,2-bis[para-(2,3-epoxipropoxi)-  
fenil]-propano, que pueden ser utilizados con catalizado-  
res de curado apropiados. Debe tenerse cuidado de no indu-  
cir térmicamente la reticulación, durante las operaciones  
20 de mezclado y moldeo, cuando se utilizan como aglomerantes  
mezclas de materiales termoplásticos y termoendurecibles.  
Una vez que la mezcla de aglomerante de material termoplás-  
tico-termoendurecible, reblandecida, y las partículas me-  
tálicas esféricas, han sido colocadas en el molde caliente  
25 y se han sometido a vibración, puede iniciarse el curado  
mediante un calentamiento adicional del molde. Las mezclas  
aglomerantes de materiales termoplásticos y termoendureci-  
bles tienden a producir artículos en bruto que tienen una  
resistencia mecánica en bruto mayor y, por lo tanto, son  
30 más fácilmente manipulables que los artículos en bruto pro-

1 -ducidos con solamente un material termoplástico como aglo-  
merante.

5 El polvo metálico esférico y el aglomerante or-  
gánico se mezclan preferiblemente en un dispositivo mezcla-  
dor calentado, por ejemplo, un mezclador de paletas en  
sigma, siendo la temperatura lo suficientemente elevada pa-  
ra reblandecer el aglomerante orgánico, permitiendo así  
que el polvo y el aglomerante se mezclen homogéneamente.  
10 La cantidad particular de aglomerante utilizada depende del  
tamaño de partícula y de la distribución de tamaños de las  
partículas metálicas esféricas empleadas. Debe utilizarse  
suficiente cantidad de aglomerante, por ejemplo de 2 a 10  
partes en peso, si se emplean 100 partes de polvo metáli-  
co, de tal modo que las partículas esféricas puedan fluir  
15 en el molde y ocupar éste de una manera óptima, eliminándo-  
se de este modo las variaciones de densidad por unidad de  
volumen y de densidad superficial en el artículo moldeado.  
La mezcla de polvo y aglomerante puede calentarse hasta  
que forme una masa plástica y transferirse directamente a  
20 un molde flexible. Alternativamente, la mezcla de polvo  
metálico y aglomerante orgánico, caliente, puede enfriarse  
y el sólido resultante triturarse y hasta un estado granu-  
lar y capaz de fluir libremente (tal como un material gra-  
nular al que se hace referencia como "polvo para píldoras"),  
25 pudiéndose más tarde calentarlo y verterlo en el molde.

Con el fin de proporcionar un molde para moldear  
el polvo para píldoras o la masa plástica caliente, en  
una configuración deseada, se hace un modelo o copia a par-  
tir de un original. Se vierte un material de moldeo alre-  
30 dedor del original, en un recipiente adecuado, se cura el

1 material de moldeo y se retira el original para formar un  
molde que es capaz de reproducir subcopias substancialmen-  
te idénticas del original, incluyendo finos detalles y  
secciones transversales, de acuerdo con esta invención.

5 Los artículos metálicos producidos en la prácti-  
ca de esta invención pueden tener una superficie de traba-  
jo (es decir, la porción de trabajo) que entra en contacto  
con un material que ha de ser trabajado y efectúa una de-  
formación en él, y una porción de soporte que mantiene la  
10 superficie de trabajo en la posición apropiada para produ-  
cir la deformación deseada. Por ejemplo, puede utilizarse  
un macho de moldeo, producido de acuerdo con esta inven-  
ción, para formar un orificio en una pieza de plástico  
moldeada por inyección. La superficie de trabajo de dicho  
15 macho de moldeo es aquella porción que entra realmente en  
contacto con el material plástico que ha de ser moldeado,  
y la porción de soporte sostiene el macho de moldeo en po-  
sición, de tal modo que se produzca el orificio deseado.

20 El original preferido tiene la superficie de  
trabajo y la porción de soporte montadas sobre una base y  
sobresaliendo de dicha base. La base puede ser el resto  
del material a partir del cual se produjo la porción de  
superficie de trabajo-soporte, o bien la porción de super-  
ficie de trabajo-soporte puede ser montada sobre una base  
25 separada, después de la producción. Se produce un molde  
del original, colocando el original en un recipiente ade-  
cuado, vertiendo el material de moldeo alrededor del ori-  
ginal, y curando el material de moldeo. Si se utiliza el  
original preferido, se producirá, en la última operación  
30 de ligera sinterización, un esqueleto metálico, poroso, de

1 una pieza, con una porción de superficie de trabajo-sopor-  
te montada sobre una base. Esto resulta deseable, debido a  
que el esqueleto metálico así producido puede ser infiltra-  
do, haciendo pasar el metal de infiltración a través de  
5 la base, antes de que entre en el cuerpo del esqueleto me-  
tálico poroso por debajo de la porción de soporte-superfi-  
cie de trabajo. La infiltración del esqueleto metálico a  
través de la base permite que el material de infiltración  
solubilice, es decir se enriquezca con el metal de que es-  
10 tá compuesta la porción de soporte-superficie de trabajo,  
antes de la infiltración del cuerpo del esqueleto por de-  
bajo de la porción de soporte-superficie de trabajo. Tal  
enriquecimiento del metal de infiltración reduce las va-  
riaciones dimensionales que ocurrirían si el cuerpo del  
15 esqueleto hubiera de ser infiltrado con metal de infiltra-  
ción no enriquecido y el metal del esqueleto hubiera de  
ser solubilizado de manera importante en este material de  
infiltración no enriquecido. Después de la infiltración  
realizada de esta manera, puede retirarse por completo la  
20 base o mecanizarse hasta una configuración deseada, para  
ser utilizada como la porción de soporte de la superficie  
de trabajo. En este último caso, la base funciona como por-  
ción de soporte y como base y, por lo tanto, la superficie  
de trabajo puede montarse directamente sobre la base.

25 Los materiales de moldeo que pueden utilizarse  
en la práctica de esta invención, son aquellos que curan  
en una forma cauchoide elástica o flexible y, generalmente,  
tienen un valor de durómetro Shore A de aproximadamente  
25-50, y reproducen los detalles finos de la pieza origi-  
30 nal, sin una importante variación dimensional, por ejemplo,

1 sin más de un 1% de variación lineal en relación con el  
original. Los materiales de moldeo no deben degradarse  
cuando se calientan a las temperaturas de moldeo, por ejem-  
plo 180°C, y deben tener una baja temperatura de curado,  
5 por ejemplo la temperatura ambiente. Un material de moldeo  
de curado a baja temperatura, formará un molde que mantendrá  
un estricto control dimensional del original al molde.  
Un material de moldeo de curado a alta temperatura, produ-  
cirá generalmente un molde que tendrá dimensiones substan-  
10 cialmente diferentes de las del original. Para mantener el  
control dimensional, es preferible que el material del mol-  
de tenga una baja sensibilidad a la humedad. Ejemplos de  
tales materiales de moldeo son los cauchos de silicóna cu-  
rables, tales como los que se describen en Bulletin "RTV"  
15 08-347 de Enero, 1969, de la Dow Corning Co., y las resi-  
nas de uretano de baja exotermicidad. Tales materiales de  
moldeo curan en una forma elástica o cauchoide, que tiene  
una baja contracción después del curado.

20 La cantidad de material de moldeo utilizada para  
formar un molde del original, puede variar dependiendo del  
material de moldeo particular utilizado y de la configura-  
ción del original. Se ha encontrado que aproximadamente  
de 10 a 14 cm<sup>3</sup> de material de moldeo por cada cm<sup>3</sup> del ori-  
ginal, formarán un molde que conserva las propiedades de  
25 flexibilidad deseadas y que tiene también una resistencia  
mecánica suficiente para soportar la pequeña carga hidros-  
tática producida por la masa plástica de polvo y aglomeran-  
te en el molde, antes de la solidificación del aglomerante.

30 Las condiciones de moldeo expuestas en lo que  
sigue, para moldear los artículos de esta invención, permí-

1 — ten emplear un molde elástico o cauchoide, blando y barato, porque la única presión aplicada es la carga hidrostática de la mezcla plástica de polvo y aglomerante en el  
5 molde, la cual presión es muy pequeña y produce una deformación despreciable. Las suaves condiciones de moldeo ayudan así a garantizar un artículo en bruto moldeado con precisión, aunque se utilice un molde altamente deformable. Además, la técnica de moldeo da como resultado un  
10 artículo en bruto moldeado, con una densidad uniforme, debido a las ventajosas características de fluidez del polvo esférico.

La mezcla de polvo y aglomerante o polvo para  
píldoras, calentada a unos 10 a 20°C o más por encima del  
punto de reblandecimiento del componente aglomerante, puede alimentarse al molde elástico sometido a vibración, que  
15 ha sido precalentado hasta aproximadamente la misma temperatura que la mezcla de polvo y aglomerante, pudiéndose evacuar seguidamente el molde y su contenido. Eligiendo la  
20 apropiada distribución de tamaños de las partículas no refractarias y esféricas, y un aglomerante orgánico adecuado, la consistencia de la mezcla de polvo y aglomerante es tal que cuando se calienta a vacío por encima del punto de ebullición de dicho aglomerante, puede moldearse la mezcla  
25 con solamente una ligera vibración para garantizar la eliminación de las bolsas de aire o burbujas de gas.

Después de llenar el molde caliente y evacuado, se interrumpe la vibración del molde y se isothermiza el  
molde, por ejemplo, se mantiene a una temperatura constante de 10 a 30°C por encima del punto de reblandecimiento  
30 del aglomerante, durante un período suficiente, por ejemplo

1 de aproximadamente 1 a 24 horas, para garantizar un llenado completo y uniforme del molde. El molde y su contenido son sometidos a vibración durante un corto período antes del enfriamiento.

5 El enfriamiento del molde y de su contenido hasta la temperatura ambiente solidifica el aglomerante orgánico y forma el artículo moldeado en bruto. Si el aglomerante funde a una temperatura bastante baja, por ejemplo de 35 a 40°C, es entonces necesario enfriar el molde y su  
10 contenido, por ejemplo hasta 0°C - 5°C, hasta el punto de que el aglomerante se vuelve bastante rígido, preferiblemente en un desecador, para reducir la condensación de humedad. El artículo en bruto sólido puede ser fácilmente desmoldeado mediante la aplicación de vacío al exterior  
15 del molde flexible. El desmoldeo a vacío permite desmoldear fácilmente las configuraciones que tienen muescas o rebajes. El artículo en bruto, desmoldeado, resultante, es una copia fiel del original. Este artículo moldeado tiene una buena resistencia en bruto, debido a la matriz  
20 endurecida de aglomerante orgánico que soporta las partículas metálicas esféricas no refractarias. El polvo no refractario está homogéneamente dispersado en la matriz de aglomerante orgánico, lo que conduce a la formación de un artículo en bruto con una densidad uniforme (debido a la  
25 distribución uniforme de polvo dentro del aglomerante) y a formar un esqueleto a partir de él, con una porosidad correspondiente uniforme cuando se elimina el aglomerante.

La densidad uniforme del artículo moldeado en bruto es importante en las subsiguientes operaciones de  
30 cocción e infiltración. Una densidad en bruto uniforme re-

1 -ducirá a un mínimo o evitará las deformaciones de la con-  
figuración cuando se calienta y se infiltra el artículo  
moldeado en bruto. Asimismo, una densidad uniforme reduci-  
rá a un mínimo o evitará la formación de bolsas localiza-  
5 das de material de infiltración, que de otro modo harían  
que el artículo no refractario acabado final mostrara pro-  
piedades eléctricas o físicas inestables y no uniformes.

Para formar la matriz de esqueleto, el artículo  
moldeado en bruto se compacta preferiblemente en un lecho  
10 de polvo refractario no reactivo, sometido a suave vibra-  
ción, por ejemplo alúmina o sílice, para evitar el desplo-  
me y la pérdida de dimensiones al calentarlo en un horno  
programable a una temperatura de aproximadamente 900 a  
1400°C. El calentamiento del artículo en bruto moldeado  
15 elimina el aglomerante orgánico y sinteriza ligeramente o  
adhiera entre sí las partículas no refractarias, para for-  
mar un artículo monolítico, no refractario, poroso, mani-  
pulable, metalúrgicamente integral, o esqueleto. El térmi-  
no "metalúrgicamente integral" tal como se utiliza aquí,  
20 significa que existe difusión interatómica en estado sólido,  
es decir, que hay formada una unión en estado sólido  
entre las partículas metálicas esféricas contiguas. Esta  
operación de calentamiento, además de eliminar el aglome-  
rante, produce la primera etapa de sinterización de las  
25 partículas esféricas, es decir, la formación de istmos en-  
tre partículas, produciendo de este modo un artículo mono-  
lítico. Se emplea preferiblemente el calentamiento progra-  
mado, de tal manera que se produzca solamente una mínima  
sinterización o adherencia de las partículas esféricas en  
30 sus puntos de contacto contiguos. El calentamiento progra-

1 mado evita la importante contracción que ocurriría si se  
continuaran el calentamiento y la sinterización más allá  
de la primera etapa, produciendo de este modo una contrac-  
ción del esqueleto indeseable y un aumento de la densidad  
5 al disminuir el volumen de poro intersticial y al resultar  
las partículas unidas por istmos más grandes. El calenta-  
miento programado evita también la introducción de grietas  
interiores y exteriores, que de otro modo se producirían  
por el rápido desprendimiento del aglomerante gaseoso, si  
10 el artículo moldeado en bruto fuera rápidamente calentado  
hasta la temperatura de ligera sinterización. Los pequeños  
artículos moldeados en bruto pueden generalmente ser calen-  
tados a una velocidad más rápida que los artículos más  
grandes. Un programa de calentamiento que se ha encontrado  
15 adecuado para artículos de un tamaño tan grande como cubos  
de 5 cm, cuando se utiliza por ejemplo diestearato de poli-  
etilenglicol como aglomerante orgánico, es el siguiente:

Operación 1, desde la temperatura ambiente hasta  
200°C (aproximadamente 43°C por hora)

20 Operación 2, desde 250 a 400°C (aproximadamente  
7,5°C por hora)

Operación 3, desde 400°C hasta la temperatura  
de ligera sinterización (aproximadamente 100°C por hora).

25 Este calentamiento programado se realiza bajo  
una atmósfera protectora, por ejemplo hidrógeno-argón, ni-  
trógeno, hidrógeno-nitrógeno, hidrógeno, amoníaco disocia-  
do, y otras atmósferas neutras o reductoras conocidas en  
la técnica de la pulvimetalurgia para evitar la oxidación  
de las partículas metálicas.

30 El calentamiento del artículo moldeado en bruto

1 hasta una temperatura superior a unos 1.020°C, cuando se  
utiliza alúmina como material de soporte no reactivo y re-  
fractario, puede hacer que algo de alúmina se adhiera al  
artículo moldeado en bruto. Por esta razón, cuando se apli-  
5 ca una temperatura de sinterización ligera final superior  
a 1020°C, puede interrumpirse la operación de sinterización  
ligera a 1020°C, y el artículo resultante, moldeado, mani-  
pulable y coherente, puede ser enfriado y retirado del le-  
cho de alúmina. La alúmina que se adhiere a la superficie  
10 del artículo se separa suavemente y el artículo se calien-  
ta hasta la temperatura deseada final de ligera sinteriza-  
ción, sin necesidad de sustentación en polvo refractario  
no reactivo. Si se emplean temperaturas de sinterización  
ligera inferiores a los 1020°C, el material de soporte o  
15 sustentación que se adhiere a la superficie puede separar-  
se mediante un suave cepillado con una brocha de pelo de  
camello.

Para asegurar un llenado completo del volumen de  
poro intersticial, si se utiliza una masa de metal de in-  
20 filtración superior al volumen de poro intersticial calcu-  
lado, resultará frecuentemente una excesiva humectación del  
esqueleto y una acumulación o aumento del material de infil-  
tración sobre la superficie exterior del artículo, o "eflo-  
rescencia". Si se reduce a un mínimo la excesiva humecta-  
25 ción del esqueleto, utilizando una cantidad de material de  
infiltración ligeramente menor de la necesaria para llenar  
por completo los huecos del esqueleto metálico, esto dejará  
huecos sin infiltrar en el material compuesto final y,  
por lo tanto, reducirá su resistencia mecánica y la unifor-  
30 midad de las propiedades eléctricas y físicas.

1            La eflorescencia superficial puede reducirse o  
2            evitarse en esta invención, recubriendo la superficie exte-  
3            rior del esqueleto metálico ligeramente sinterizado, con  
4            una delgada capa de óxido de zirconio, por ejemplo, apli-  
5            cando por pulverización ligera una suspensión de polvo de  
6            óxido de zirconio en un vehículo fácilmente evaporable o  
7            volatilizable, por ejemplo acetona, sobre el exterior del  
8            esqueleto metálico. El recubrimiento de polvo de óxido de  
9            zirconio reduce la acumulación superficial del material  
10           de infiltración y permite el uso de una masa de metal de  
11           infiltración en exceso de la necesaria para llenar justa-  
12           mente los intersticios del esqueleto metálico, sin que se  
13           produzca la eflorescencia (o huecos sin infiltrar). El con-  
14           tacto entre aquellas zonas exteriores del esqueleto en las  
15           que se va a producir la infiltración, por ejemplo la base,  
16           y el polvo de óxido de zirconio, ha de evitarse cuidadosa-  
17           mente, por ejemplo, cubriendo tales zonas con una cinta  
18           esmascaradora. La operación de recubrimiento con óxido de  
19           zirconio puede utilizarse selectivamente, o eliminarse, si  
20           se desea algún grado de eflorescencia superficial, por  
21           ejemplo, para producir un artículo moldeado que parezca  
22           como si hubiera sido formulado completamente con metal de  
23           infiltración, por ejemplo, un objeto de arte decorativo,  
24           con un esqueleto metálico de aleación de cobalto infiltra-  
25           do con plata o con una aleación de plata.

          El esqueleto metálico poroso (preferiblemente  
          tratado con óxido de zirconio como se ha descrito antes)  
          se somete a infiltración o impregnación con un metal o alea-  
          ción que funde a una temperatura inferior al punto de fu-  
30           sión de las partículas metálicas esféricas de que está

1 compuesto el esqueleto metálico y, preferiblemente, tiene  
las propiedades expuestas a continuación. Sorprendentemen-  
te, la infiltración puede ser efectuada sin una substancial  
variación dimensional, utilizando como material de infil-  
5 tración un metal que funde a una temperatura que es tan  
baja como 25° Kelvin más baja que el punto de fusión de  
las partículas del esqueleto que funden a la más baja tem-  
peratura. Cuando el punto de fusión del material de infil-  
tración,  $PF_i$ , y el punto de fusión del metal de que están  
10 compuestas las partículas esféricas,  $PF_{esf}$ , se expresan  
ambos en grados Kelvin, pueden utilizarse relaciones prác-  
ticables  $PF_i/PF_{esf}$  tan altas como de 0,98, prefiriéndose  
de 0,95 o inferiores. A medida que disminuye esta relación,  
disminuyen también las variaciones dimensionales, lo que  
15 significa que el límite inferior de la relación de punto  
de fusión del metal de infiltración-punto de fusión del me-  
tal del esqueleto está determinada por las propiedades de-  
seadas de los artículos infiltrados finales.

20 Los materiales de infiltración con las propieda-  
des preferidas expuestas a continuación, tienen generalmen-  
te puntos de fusión mayores de aproximadamente 700° Kelvin  
y, por lo tanto, el límite inferior de la relación de pun-  
tos de fusión es de 0,5 aproximadamente, prefiriéndose el  
de 0,6.

25 La infiltración del esqueleto metálico tiene lu-  
gar uniformemente por acción capilar, sin aplicar presión  
al material de infiltración y sin que se formen acumulacio-  
nes localizadas de material de infiltración en el esqueleto  
no refractario. El esqueleto metálico no refractario puede  
30 ser soportado sobre un lecho de polvo refractario no reac-

1 tivo. El lecho se dispone de tal modo que el material de  
infiltración sólido, que puede estar en forma de polvo,  
granalla o barras, no esté en contacto directo con el es-  
queleto metálico. A medida que funde el material de infil-  
5 tración, fluye bajo la influencia de la gravedad hacia  
aquella zona del esqueleto metálico a través de la cual  
va a producirse la infiltración, por ejemplo la base, en-  
tra en contacto con el esqueleto mientras está en estado  
líquido, y penetra en el esqueleto por acción capilar. El  
10 contacto directo entre el material de infiltración sólido  
y el esqueleto metálico puede provocar la unión de ambos,  
durante el calentamiento. Además, las diferencias de los  
coeficientes de dilatación térmica o de velocidad de sin-  
terización entre el material de infiltración y el esquele-  
15 to, provocará tensiones y el posible agrietamiento de la  
base del esqueleto. Por lo tanto, se prefiere que no haya  
contacto entre el material de infiltración sólido y el es-  
queleto metálico. Debido a que el material de infiltración  
se distribuye uniformemente por todo el cuerpo del esque-  
20 leto no refractario, se obtienen una resistencia mecánica  
uniforme y unas aceptables características eléctricas,  
con una mínima deformación de configuración del objeto in-  
filtrado final debida a las diferencias de coeficiente de  
dilatación térmica expuestas arriba.

25 El material de infiltración metálico utilizado  
se escogerá de tal manera que se ajuste al uso final de  
la pieza acabada. Cuando se desea un electrodo para la me-  
canización por descarga eléctrica, pueden utilizarse mate-  
riales de infiltración que tengan una buena conductividad  
30 eléctrica, por ejemplo cobre, plata y aleaciones de estos

1 metales. Si se desea un artículo acabado más duro o más  
resistente, por ejemplo para piezas de estructuras, moldes  
o matrices, el material de infiltración, así como las par-  
tículas metálicas esféricas, pueden estar compuestos por  
5 aleaciones endurecibles, que pueden ser tratadas adicional-  
mente para aumentar la dureza y la resistencia metálica  
del artículo. Todavía otros metales y aleaciones, que tie-  
nen un punto de fusión inferior al del esqueleto no refrac-  
tario, pueden ser utilizados como materiales de infiltra-  
10 ción.

La elección del material de infiltración recae  
preferiblemente sobre aquellos metales en los que el metal  
del esqueleto es substancialmente insoluble. Si el material  
de infiltración disolviera substancialmente el metal del es-  
15 queleto, se producirían grandes variaciones dimensionales  
y una gran deformación. La solubilización importante del  
metal del esqueleto en el material de infiltración puede  
reducirse a un mínimo utilizando un metal de infiltración  
que haya sido saturado con el metal con el que han sido  
20 fabricadas las partículas del esqueleto. Como se ha expues-  
to arriba, la solubilización puede ser reducida también a  
un mínimo mediante la infiltración del esqueleto metálico  
a través de una base. Adicionalmente, el metal de infiltra-  
ción fundido debe humedecer el metal del esqueleto no re-  
25 fractario, con el fin de conseguir una infiltración capi-  
lar. Puede utilizarse un exceso de metal de infiltración,  
por ejemplo hasta un volumen aproximadamente un 25% mayor  
que el volumen de poro intersticial total calculado, si el  
exterior del esqueleto metálico ha sido recubierto con pol-  
30 vo de óxido de zirconio antes de la infiltración.

1 El tiempo de permanencia a la temperatura de in-  
filtración y la temperatura de infiltración utilizada, se-  
rá en función del tamaño, de las características de humec-  
tación, y del tamaño de poro intersticial del esqueleto me-  
5 tállico no refractario. A una temperatura ligeramente por  
encima del punto de fusión del material de infiltración,  
es suficiente con 30 minutos para infiltrar un esqueleto en  
forma de cubo con un volumen tan grande como de  $130 \text{ cm}^3$ .

10 Después de la infiltración, se enfría el artícu-  
lo y se separa el recubrimiento de óxido de zirconio exte-  
rior, por ejemplo, por chorreado con un aparato de chorrea-  
do con cuentas de vidrio (Empire Abrasive Equipment Corp.  
Modelo Nº S-20) a una presión de 1,4 a 2,8  $\text{kg/cm}^2$ ; utili-  
zando un orificio de 8 mm de diámetro. Si se emplea un ma-  
15 terial de infiltración endurecible por envejecimiento, por  
ejemplo cobre aleado con níquel (15%) y estaño (7%), o si  
el esqueleto metálico es endurecible, el artículo infiltra-  
do puede ser sometido a un ciclo de envejecimiento a baja  
temperatura a fin de aumentar su dureza y/o resistencia  
20 al desgaste. Finalmente, el exceso de material de infil-  
tración o la base supérflua, se elimina por mecanizado o  
corte desde el material compuesto configurado o desde la  
superficie de trabajo, para producir el artículo metálico  
moldeado infiltrado y acabado.

25 En la Tabla I se muestra una tabulación de sis-  
temas representativos de partículas metálicas esféricas y  
materiales infiltrantes. Se tabulan los puntos de fusión  
en grados Kelvin y la relación de los puntos de fusión.

30 La Tabla II contiene las composiciones elementa-  
les de los metales de la Tabla I.

2108

30

25

20

15

10

5

1

TABLA I

Partículas metálicas esféricas		Material de infiltración		Relación $PF_i/PF_{esf}$ *
Tipo	P.F. gK	Tipo	P.F. gK	
"Vertx" Co-6	1533	Cobre	1356	0,88
"Vertx" Co-6	1533	bronce fosforoso	1333	0,87
"Vertx" Co-6	1533	berilio-cobre	1144	0,75
"Stellite" 1	1503	plate-72% cobre-28%	1052	0,70
"Stellite" 1				
"Vertx" Co-6 (partes iguales)	1503	cobre	1356	0,90
"Stellite" 1	1503	plata	1233	0,82
"Stellite" 157	1403	níquel - 5% hierro - 5% manganeso-5% cobre-resto	1333	0,95
"Stellite" 21	1553	oro - 78% platino - 22%	1201	0,77
Acero inoxidable A.I.S.I. 410	1755	cobre	1356	0,77
"Stellite" 92	1403	cobre - 70% estaño - 30%	1033	0,74
Hierro	1807	cobre - 70% estaño - 30%	1033	0,57

\*  $PF_i/PF_{esf}$  es la relación entre el punto de fusión del metal de infiltración y el punto de fusión mínimo de las partículas esféricas.

TABLA II.

Composición, % en peso

Tipo de partículas metálicas esféricas	Cr	C	Si	Mo	Ni	Fe	Co	W	B	Cu	P	Be	Otros
"Vertx" Co-6	29	1,1	0,94	0,12	2,9	0,81	Resto	4,05					
"Stellite" 1	30	2,5	1,0		3,0	3,0	Resto	1,2					1,0
"Stellite" 157	21	0,07	1,6				Resto	4,5	2,4				
"Stellite" 21	27	0,25		5,5	2,8	2,0	Resto	7,5					2,0
Acero inoxidable A.I.S.I. 410	12,32	0,020	0,33		,18	Resto							
"Stellite" 92	1,5	3,75		10,		Resto							
Bronce fosforoso					1,1					Resto	0,3		
Berilio-cobre							0,2			Resto		1,9	

1                    Un examen óptico de la superficie de trabajo del  
artículo acabado, con un aumento de 150X, revela una matriz  
continua de partículas esencialmente esféricas o de glóbu-  
5                    los interconectados, en contacto con una fase continua de  
material de infiltración y rodeados por ella. No se ve nin-  
guna evidencia de trabajo superficial en frío, por ejemplo,  
metal superficial perturbado, como el que se produce en las  
operaciones de mecanizado convencionales.

10                    La figura 2 es una vista de una sección transver-  
sal interior, metalúrgicamente pulimentada, de un artículo  
infiltrado de esta invención, con un aumento de 600X. Es  
claramente evidente una matriz continua 3 de partículas me-  
tálicas 4 esencialmente esféricas, con una distribución de  
tamaños. Se ve la fase continua de material de infiltración  
15                    metálico 6 en contacto con el esqueleto de partículas o  
glóbulos metálicos esféricos y entremezclada con ellos,  
con la formación de istmos 7 entre partículas. Para este  
aumento, es evidente la desviación 8 de la esfericidad. Es-  
tas desviaciones son el resultado de una disolución parcial  
20                    del metal del esqueleto en el material de infiltración fun-  
dido, y son características de los artículos metálicos in-  
filtrados de esta invención. Tal disolución produce la li-  
gera pérdida de esfericidad y comunica el aspecto erosiona-  
do y algo globular a las partículas metálicas esféricas no  
25                    refractarias interconectadas.

                    El procedimiento de esta invención descrito arri-  
ba se ilustra en la figura 1. Un original 11 mecanizado pa-  
ra compensar su contracción inherente, se moldea 12, utili-  
zando un material de moldeo flexible, tal como caucho de  
30                    silicona "RTV". El material de moldeo se cura mediante el

1 procedimiento apropiado, dependiendo del compuesto de mol-  
deo flexible utilizado, y el original mecanizado se desmol-  
dea 13 desde el molde 14 cauchoide, sólido, curado. Se mez-  
cla polvo metálico esférico 16 no refractario, por ejemplo  
5 polvo de base de cobalto "Vertx" Co-6, de la distribución  
de tamaños apropiada, con un aglomerante 17 termoplástico,  
por ejemplo parafina o una mezcla de aglomerante termoplás-  
tico y termoendurecible, y se calienta 18. La masa resul-  
tante puede opcionalmente dejarse enfriar 19 hasta un sólido  
10 do 21, y molerse 22 a polvo para píldoras 23, lo que re-  
quiere calentar 24 antes de alimentar la masa 26 de aglome-  
rante y polvo al molde 27 calentado, o bien puede pasarse  
25 el aglomerante y polvo o masa 26 calentados, desde la  
operación 18 directamente al molde 27. El molde 14 se ca-  
lienta 28 apropiadamente, antes de llenarlo con la masa  
15 26 calentada. Se hace el vacío en el molde y su contenido,  
mientras se someten a vibración 29 para eliminar las bur-  
bujas de aire y compactar por completo el molde 30. El mol-  
de completamente lleno se isothermiza 31 y se somete breve-  
mente a vibración 32, antes de enfriar 33. El desmoldeo 34  
20 a vacío produce un artículo 35 moldeado en bruto manipula-  
ble y rígido.

El artículo 35 moldeado en bruto resultante se  
envuelve en un polvo refractario no reactivo y se somete a  
25 cocción 37 de manera programada, para expulsar el aglome-  
rante termoplástico y hacer que las partículas metálicas se  
sintericen ligeramente para formar un artículo metálico po-  
roso 38. El artículo poroso se somete a tratamiento super-  
ficial 39 y se coloca en un recipiente adecuado para la in-  
30 filtración 41, con, por ejemplo, cobre 42. Después del en-

1 -friamiento 43, el artículo infiltrado resultante 44 puede  
ser acondicionado en el punto de infiltración para elimi-  
nar irregularidades 45. Después de desmoldear a vacío el  
artículo moldeado en bruto 35, se puede recircular 14 el  
5 molde flexible para producir otro artículo.

Los artículos metálicos no refractarios infiltra-  
dos de esta invención, son uniformemente densos, tenaces,  
resistentes al choque y esencialmente libres de defectos  
internos y superficiales. Muestran propiedades físicas,  
10 mecánicas y eléctricas uniformes, y se puede conseguir una  
tolerancia de precisión de más de  $\pm 0,2 \%$ . Estos artículos  
son particularmente útiles para aplicaciones en las que se  
requieren artículos no refractarios tenaces, con toleran-  
cias dimensionales estrictas, tales como artículos que tie-  
15 nen configuraciones intrincadas o complejas y superficies  
con detalles finos, por ejemplo, prótesis dentales, matri-  
ces para la colada a presión de metales, y matrices para  
el moldeo de plásticos por inyección.

En los siguientes ejemplos, que no deben consi-  
20 derarse que limitan el alcance de esta invención, se ilus-  
tran objetos y ventajas de esta invención. Todas las partes  
están en peso, a menos que se especifique otra cosa.

#### Ejemplo I.

25 100 partes de aleación de base de cobalto en pol-  
vo metálico, esférico, de menos de 149 micrometros ("Vertx")  
Co-6, vendido por Special Metals Corp.) se mezclaron con  
3,5 partes de diestearato de polietilenglicol ("Emerest"  
2642, punto de fusión 36°C) y la mezcla resultante de aglo-  
30 merante y polvo metálico se calentó a 66°C. La masa plásti

1 ca resultante se trasladó a una cavidad cúbica (5,08 cm)  
de un molde flexible hecho de caucho de silicona "RTV"  
curado, que se calentó a 66°C. El molde se sometió a un va-  
cío de 3 mm/hg y se mantuvo a 66°C durante 10 minutos,  
5 mientras se sometía a vibración mediante un emparejador  
modelo J 50 A que vibraba con el reostato ajustado en la  
posición 80 a 90. El molde y su contenido se volvieron a  
poner a presión seguidamente y se trasladaron a un horno,  
para ser isotermezados a 38°C durante 24 horas. Después de  
10 este tratamiento isotérmico, se sometió nuevamente el mol-  
de a vibración (con un reajuste del reostato de 40) duran-  
te 5 minutos y se dejó enfriar hasta la temperatura ambien-  
te durante un periodo de 2 horas. El molde y su contenido  
enfriados se colocaron en un desecador que contenía sulfato  
15 cálcico anhidro, y se enfriaron a unos 4°C durante una  
hora. El molde y su contenido enfriados se retiraron del  
desecador y el artículo en bruto se desmoldeó inmediatamen-  
te utilizando desmoldeo a vacío. El artículo en bruto re-  
sultante se colocó en una navecilla de grafito, que conte-  
20 nía polvo de alúmina ("Alcoa", calidad A-100) y se sometió  
a una vibración ligera para compactar ligeramente el polvo  
refractario no reactivo alrededor del artículo en bruto.  
La navecilla y su contenido se colocaron en una retorta,  
en un horno eléctrico Lindberg controlado mediante leva,  
25 y la retorta se sometió lentamente a vacío para evitar que  
el polvo de alúmina se esparciera dentro del horno. Un va-  
cío de aproximadamente 0,5 mm Hg fue suficiente para eli-  
minar la mayor parte de los gases reactivos, y el horno  
se llenó de nuevo rápidamente con una atmósfera de argón  
30 que contenía un 5% de hidrógeno. Durante el ciclo de calen

1 -tamiento se mantuvo una atmósfera de gas dinámica, a un  
caudal de 85 litros/hora. El horno se calentó desde la  
temperatura ambiente hasta 250°C, a una velocidad de 43°C  
por hora; desde 250°C hasta 350°C, a una velocidad de  
5 7,5°C por hora, desde 350°C hasta 1.000°C, a una velocidad  
de 100°C por hora, y se mantuvo a 1.000°C durante media ho-  
ra para degradar y eliminar el aglomerante y sinterizar  
ligeramente las partículas metálicas esféricas. Se inte-  
rumpió el calentamiento y la navecilla y su contenido se  
10 dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente bajo la atmós-  
fera de gas dinámica del horno. El artículo de esqueleto  
ligeramente sinterizado se retiró del lecho de alúmina y  
se cepilló suavemente con una brocha de pelo de camello,  
para eliminar cualquier alúmina adherida a la superficie.  
15 La superficie del artículo se sometió seguidamente a una  
pulverización con una suspensión en aerosol compuesta por  
10 g de polvo de óxido de zirconio (de aproximadamente 1  
a 5 micrometros de diámetro) en 100 ml de acetona. El artí-  
culo de esqueleto era un cubo y aproximadamente 0,5 cm de  
20 la porción de las cuatro caras adyacentes a una de las ca-  
ras o base, se cubrió con cinta enmascaradora, mientras que  
el resto expuesto de las cinco caras se pulverizó con una  
suspensión en aerosol. La cara o base no se cubrió con cin-  
ta enmascaradora, debido a que estaba desenfilada de la  
25 pulverización de óxido de zirconio y, por lo tanto, era  
innecesaria la protección de esta cara. Después de retirar  
la cinta enmascaradora, el artículo de esqueleto en bruto  
se colocó en la base de un lecho de alúmina en pendiente,  
situado en una navecilla de grafito. Sobre el lecho de alú-  
30 mina se colocó una cierta cantidad de polvo de cobre

1 ("Gould", tipo R-64, malla -100), de tal manera que al fun-  
dir, el cobre líquido fluyera por gravedad hacia abajo ha-  
cia la porción del artículo de esqueleto no cubierta con  
5 polvo de óxido de zirconio, entrara en contacto con el es-  
queleto metálico, y se infiltrara a través de la superfi-  
cie exterior no sometida a pulverización. La navecilla y  
su contenido se colocaron en un horno eléctrico bobinado  
con molibdeno y se practicó en el horno un vacío de 0,05  
10 mm Hg y se llenó de nuevo con hidrógeno. Se mantuvo una  
atmósfera de hidrógeno dinámica a un caudal de 141 litros/  
hora, mientras se aumentaba la temperatura desde la tempe-  
ratura ambiente hasta 1.100°C, durante un periodo de 2 ho-  
ras, y se mantenía a esta temperatura durante media hora.  
Después de la infiltración, se enfrió el artículo infiltra-  
15 do resultante, y se eliminó el recubrimiento exterior de  
óxido de zirconio, sometiéndolo a un chorreado con cuentas  
de vidrio de menos de 44 micrometros a través de un orifi-  
cio de 8 mm, a una presión de 1,4 a 2,8 kg/cm<sup>2</sup>. El artícu-  
lo sometido al chorreado fue cortado, pulimentado metalo-  
20 gráficamente y, al examinarlo con 50 aumentos y con 750  
aumentos, el artículo aparecía homogéneo, con istmos entre  
las partículas esféricas sinterizadas contiguas, no obser-  
vándose ninguna grieta interna, ninguna porosidad gruesa  
ni otras discontinuidades. La figura 2 es una representa-  
25 ción del aspecto de los artículos.

#### EJEMPLOS 2 a 17

Se efectuaron varios experimentos (ejemplos 2 a  
17) por el método que se ha descrito en el Ejemplo 1, para  
30 producir otros artículos infiltrados de esta invención, re-

1 sumiéndose estos experimentos adicionales en la Tabla III.  
En cada uno de estos experimentos adicionales, se utiliza-  
ron 100 partes de polvo metálico esférico para producir  
artículos infiltrados en forma de barras para ensayo de  
5 choque de un tamaño de 5,08 cm<sup>3</sup>. Si se utilizaron tempera-  
turas de sinterización ligera superiores a 1.020°C, el ar-  
tículo moldeado en bruto se calentó de manera programable  
hasta unos 1.020°C, se enfrió, se retiró del soporte refrac-  
tario no reactivo y, seguidamente, se volvió a calentar  
10 hasta la temperatura de ligera sinterización indicada. Los  
materiales de infiltración de chapa cortada eran metales  
obtenidos comercialmente, mientras que los materiales de  
infiltración de placa cortada eran metales preparados en  
el laboratorio. Los resultados de los ensayos de dureza  
15 Rockwell "C" y Rockwell "B" se dan en la Tabla III, así  
como los ensayos de choque Charpy con probetas entalladas  
y no entalladas. Los ensayos de dureza Rockwell "B" y "C"  
se realizaron de acuerdo con la especificación ASTM E 18-74.  
Los ensayos de choque se efectuaron de acuerdo con la es-  
20 pecificación ASTM E23-72. Se utilizaron probetas para cho-  
que Charpy, tipo A, de barra sencilla, pero se modificaron  
de tal modo que se utilizaron dimensiones de la sección  
transversal de 1,01 cm ± 0,008 cm. Las probetas que mostra-  
ban una resistencia al choque sin entalla, no fueron enta-  
25 lladas.

En la Tabla III, no había defectos internos so-  
bre los planos de rotura ni en las secciones metalográfi-  
camente pulimentadas de los cubos de 131 cm<sup>3</sup> de los ejem-  
plos 9 y 10. Esto es debido en parte a la densidad unifor-  
me de los artículos infiltrados acabados.  
30

TABLA III

Ejem- plo	Metal esférico		Aglomerante		Material de infiltración		Propiedades de la barra de ensayo				
	Tamaño de partícula inferior al micro- metro	Tipo	Par- tes	Temperatu- ra de sin- terización ligera °C	Tipo	Forma	Temperatu- ra de in- filtración °C	Dureza Rockwell "C"	Choque Charpy kg-m entalla no en- talla- da	nota al pié de la tabla	
2	"Vertx" Co-6	149	"Emerest" 2642	3,5 1200	Cu	Polvo	1120	24	0,34	2,07	1
3	"Vertx" Co-6	149	"Emerest" 2642	3,5 1240	Cu	Polvo	1120	26	0,62	2,21	2
4	"Vertx" Co-6	44	"Emerest" 2642	4,67 1250	Cu	Polvo	1125	31	--	5,5	
5	"Vertx" Co-6	44	"Emerest" 2642	4,67 1100	Ni-1,1% P -0,3% Cu-Res- to	Chapa corta da	1100	24	--	--	
6	"Vertx" Co-6	44	"Emerest" 2642	4,67 1100	Be-1,9% Co-C,2% Cu-Res- to	Chapa corta da	1100	25	--	--	

30 25 20 15 10 5 1

TABLA III (continuación)

Ejemplo	Metal esférico	Agglomerante		Material de infiltración		Propiedades de la barra de ensayo				
		Tamaño de partícula inferior al micro metro	Partes Tipo	Temperatura de sinterización ligera °C	Temperatura de infiltración °C	Dureza Rockwell "C"	Choque Charpy al kg-m	nota al pie de la tabla		
7	"Vertx" Co-6	44	"Emerest" 2642	4,67	1130	Ni-15% Sn-7% Cu-Res to	1100	30	0,28	--
8	"Vertx" Co-6	44	"Emerest" 2642	4,67	1160	Sn-10% Ni-10% Cu-Res to	1079	31	--	--
9	"Vertx" Co-6	44	Parafina	4,67		Cu	1100	--	--	3
10	"Vertx" Co-6	44	"Epon" 828 más catalizador; estearato de butilo	1,0	1100	Cu	1110	--	--	3
11	"Stellite" 1	44	"Emerest" 2642	4,67	1130	Cu-28% Ag-72% cortada	988	29	--	4

2108

30

25

20

15

10

5

1

TABLA III (continuación)

Metal esférico		Agglomerante		Material de infiltración		Propiedades de la barra de ensayo	
Ejemplar	Tipo	Tamaño de partícula inferior al micrometro	Partes	Temperatura de sinterización ligera	Temperatura de infiltración	Dureza Rockwell "C"	Choque Charpy al pie de la entalla de la tabla
			Tipo	°C	°C		kg-m
12	"Stellite" 1	44	"Emerest" 2642	1000	1125	33	0,10
13	Mezcla a partes iguales de "Stellite" 1 y "Vertx" Co-6	44	"Emerest" 2642	1140	1100	32	2,8
14	Acero inoxidable, A.I.S.I. Tipo 410	44	"Emerest" 2642	1020	1100	24	1,1
15	"Stellite" 157	44	"Emerest" 2642	1100	1100	29	--

70

30 25 20 15 10 5 1

TABLA III (continuación)

Ejem- plo	Tipo	Metal esférico		Aglomerante		Material de infiltración		Propiedades de la barra de ensayo			
		Tamaño de partícula inferior al micrometro	Tipo	Partes	Temperatura de sinterización ligera	Temperatura de infiltración	Dureza Rockwell "C"	Choque Charpy kg-m	nota al pié de la tabla		
16	"Stelli te" 1	44	"Emerest" 2642	4,61	1140	Ni-15% Sn-7% Cu-Res- to	115	40	---	1,38	
17	"Stelli te" 92	44	"Emerest" 2642	3,37	1000	Sn-30% Cu-Res- to	900	48	---	0,21	6

Notas al pié:

1. Contracción del 0,54% entre el artículo moldeado en bruto y la pieza compactada infiltrada.
2. Contracción del 1,98% entre el artículo moldeado en bruto y la pieza compactada infiltrada.
3. Se produjo en este ejemplo un cubo de 131 cm<sup>3</sup>
4. Contracción del 0,25% entre el esqueleto metálico ligeramente sinterizado y la pieza compactada infiltrada.
5. Contracción del 0,32% entre el esqueleto metálico ligeramente sinterizado y la pieza compactada infiltrada.
6. Contracción del 0,40% entre el artículo moldeado verde y la pieza compactada infiltrada.

EJEMPLO 18

Utilizando el método del Ejemplo 1, se preparó un macho de moldeo, adecuado para la extrusión de plásticos. El macho de moldeo era de un diámetro de aproximadamente 0,32 cm, y se utilizó para producir un orificio cilíndrico de extremo a extremo, que pasaba a lo largo del eje de una pieza de plástico cilíndrica de una longitud de aproximadamente 0,27 cm, con un diámetro exterior de 0,813 cm. Se mezcló un polvo metálico esférico de aleación "Stellite" Nº 1 (menos de 44 micrometros) con 4,61 partes de aglomerante orgánico termoplástico "Emerest" 2642. Se continuó la sinterización ligera del macho de moldeo moldeado verde a 1.122°C, durante 45 minutos. La infiltración con una aleación de cobre que contenía níquel (15%) y estaño (7%) se efectuó durante 45 minutos, a una temperatura de 1.120°C.

El macho de moldeo infiltrado se mecanizó para permitir su ajuste a presión en la porción móvil de un molde de inyección de dos piezas. La coincidencia del macho de moldeo con la porción estacionaria del molde de inyección, se aseguró mediante el chorreado de la punta del macho de moldeo con arena. Después de instalar el macho de moldeo en la porción de molde móvil, se instaló el molde entero en una máquina para moldeo por inyección de tipo de hélice, VanDorn, de 75 toneladas (58.000 kilos), con una capacidad de inyección de 156 g de material polímero con la densidad del poliestireno. Con poliestireno se produjeron 120 piezas de plástico moldeadas por inyección. Cada pieza de plástico fue retirada del macho de moldeo y expulsada del molde al abrir la porción móvil del molde.

1 - Se utilizó una temperatura del cilindro de la máquina de  
193°C, junto con una fuerza de inyección máxima de  $14,1 \times 10^6$  kg/m<sup>2</sup>. Las piezas plásticas no mostraban ningún mate-  
5 rial plástico extraño, lo que indicaba que se había obte-  
nido un completo cierre del orificio con el macho de mol-  
deo montado a ras con la porción de molde estacionaria.  
No se produjo ningún redondeado, agrietamiento ni desgaste  
en el macho de moldeo, lo que demostraba las característi-  
cas físicas homogéneas del macho de moldeo.

10

#### EJEMPLO 19

Se utilizó un polvo metálico esférico "Stellite"  
21, de tamaño de partícula inferior a 53 micrometros para  
preparar un bloque calibrador, empleando el método del  
15 Ejemplo 1. Después de una ligera sinterización a 1.000°C,  
se aplicó sobre el esqueleto una pulverización de polvo de  
óxido de zirconio dispersado en acetona. Seguidamente, el  
bloque recubierto se colocó en contacto con oro de moldeo  
para incrustación dental B de la composición: oro (76%),  
20 plata (14,3%), cobre (7,5%), paladio (2%) e indio (resto).  
El calentamiento a 1.000°C durante media hora, en una atmós-  
fera de hidrógeno, produjo la infiltración del oro de mol-  
deo para incrustación en el esqueleto de polvo metálico  
esférico. No se produjo deformación del esqueleto y la con-  
25 tracción del bloque en relación con el original, contrac-  
ción del procedimiento, ascendió a un promedio del 0,79%.  
La dureza Rockwell "B" ascendió a un promedio de 96.

25

#### EJEMPLO 20

30 Doscientos gramos de polvo metálico esférico, de

1 base de cobalto "Vertx" Co-6, de tamaño de partícula inferior a 44 micrometros se mezclaron con 2,0 g de resina termoenfundible "Epon" 828, durante 5 minutos. Se añadió medio gramo de catalizador de curado epoxídico (Shell Oil Co., tipo F-1) y se mezcló durante aproximadamente 2 minutos. Finalmente, se añadieron 8,0 g de estearato de butilo para producir una consistencia de pasta fluida después de unos 5 minutos de mezclado adicional. Esta mezcla se alimentó en un molde vibratorio precalentado a 66°C, se desaireó bajo un vacío de 1 mm Hg y se volvió a poner a presión a la presión atmosférica. Seguidamente, se mantuvo el artículo a 66°C, durante media hora, para curar la resina termoenfundible y proporcionar rigidez al artículo moldeado. Se desmoldeó el artículo, se envolvió en un lecho de alúmina y se calentó a 1010°C en una atmósfera de argón que contenía un 5% de hidrógeno, como en el Ejemplo 1. El artículo ligeramente sinterizado, con una forma de cubo de 5,08 cm, se recubrió con una suspensión en aerosol de óxido de zirconio, y se infiltró con cobre a 1110°C, durante 45 minutos.

#### EJEMPLO 21

Utilizando el procedimiento del Ejemplo 1, se preparó una cavidad de matriz con la configuración de una perilla dentada de un diámetro de 1,27 cm y de una longitud de 1,27 cm, aproximadamente. Se utilizó un modelo macho de la perilla dentada y se efectuó una inversión de la generación con un material de moldeo de dos componentes, vendido bajo la marca "Carbalon" 122G. Los componentes individuales del material de moldeo se enfriaron a 10°C y se

1 - desairearon durante 5 minutos bajo un vacío de bomba apro-  
ximado (aproximadamente 30 mm Hg). Se mezclaron porciones  
iguales de los dos componentes y se vertieron encima del  
original macho, que había sido colocado en un recipiente  
5 adecuado de manera que contuviera el material de moldeo.  
El material de moldeo que cubría el original macho, fue  
desaireado durante aproximadamente un minuto bajo un vacío  
de bomba aproximado, y curado durante aproximadamente una  
hora a 10°C. Seguidamente, el modelo macho se desmoldeó  
10 desde la réplica hembra curada, y se dejó curar la répli-  
ca durante 24 horas adicionales, a la temperatura ambien-  
te. La cavidad de matriz de réplica así producida es un  
modelo hembra inverso del modelo macho original.

La cavidad de matriz de la réplica hembra fue  
15 duplicada de acuerdo con el método del Ejemplo 1, utilizan-  
do una aleación de base de cobalto "Stellite" 1, de tama-  
ño de partícula inferior a 44 micrometros de diámetro y  
4,61 partes de "Emerest" 2642. La cavidad de matriz mol-  
deada en bruto se sinterizó ligeramente a 1130°C y el es-  
20 queleto metálico resultante se infiltró con una aleación  
de cobre que contenía níquel (15%) y estaño (7%). La in-  
filtración se efectuó en una atmósfera de hidrógeno, con  
un periodo de infiltración de 45 minutos, y una temperatu-  
ra de infiltración de 1110°C. En la cavidad de matriz in-  
25 filtrada se vertió cinc, calentado a una temperatura de  
500°C en un horno con circulación de aire. Se dejó solidi-  
ficar el cinc y la pieza moldeada se retiró de la cavidad.  
No pareció ocurrir ninguna reacción entre el cinc y la pa-  
red de la cavidad de matriz.

30

Para los expertos en la técnica se harán eviden-

1 -tes diversas modificaciones y alteraciones de la invención,  
sin apartarse del alcance y espíritu de la invención, y  
debe entenderse que esta invención no ha de estar limitada  
a las realizaciones y ejemplos ilustrativos expuestos aquí.

5

10

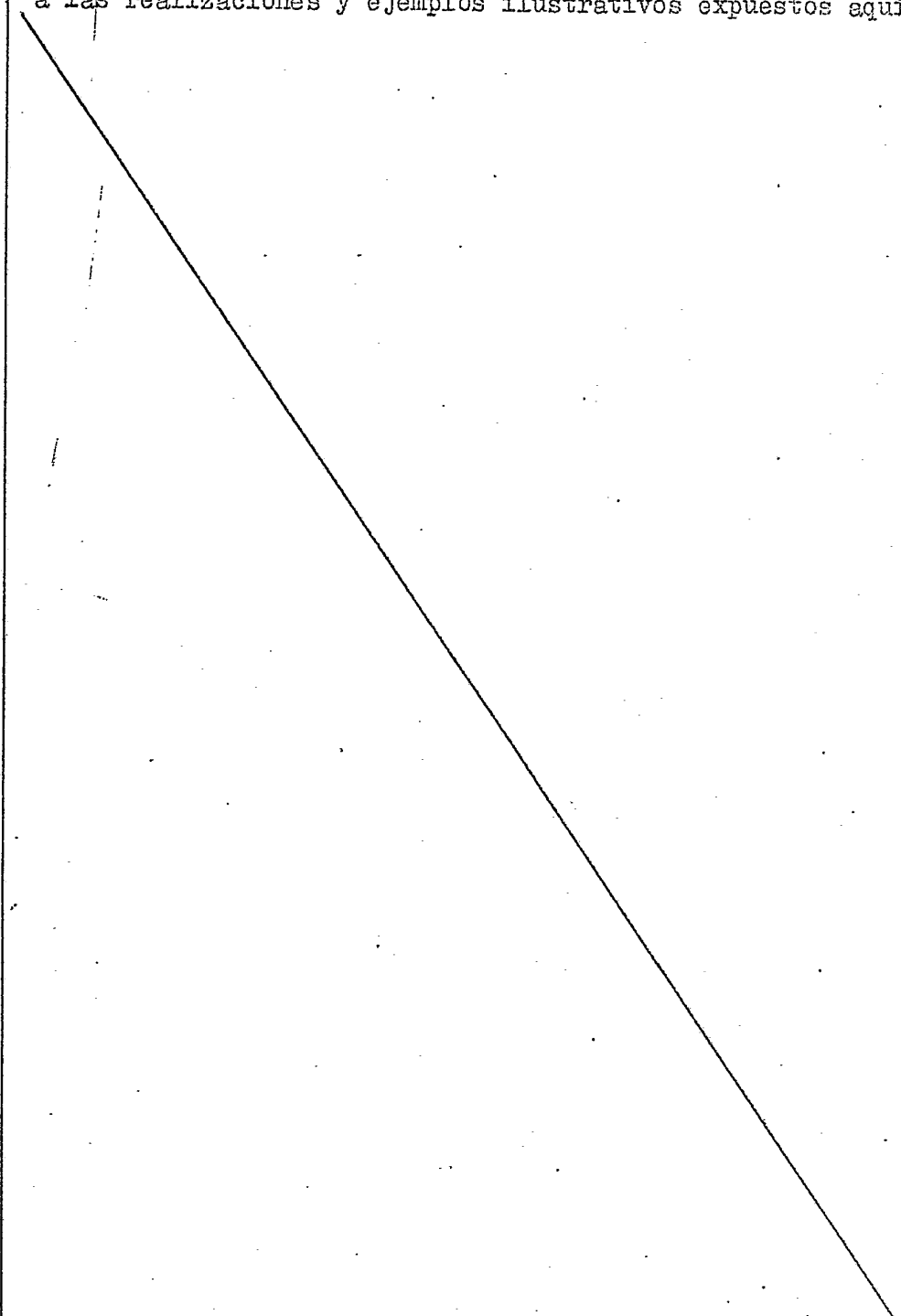
15

20

25

30

2108



## - REIVINDICACIONES -

1  
5  
Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10  
15  
20  
25  
30  
2108  
1ª.- Un método para formar un artículo no refractario, infiltrado, monolítico y configurado, a partir de una configuración moldeada, que comprende una mezcla de partículas metálicas esféricas, no refractarias, que están metalúrgicamente integradas por sus puntos de contacto contiguos en forma de un esqueleto, y una segunda fase continua de metal, caracterizado por la combinación nueva de operaciones de calentar una mezcla de polvo metálico esférico no refractario y aglomerante orgánico fugaz, que comprende un material termoplástico por encima de la temperatura de reblandecimiento de dicho aglomerante; moldear la masa plástica resultante, en un molde flexible calentado, para formar un artículo moldeado en bruto, esencialmente exento de huecos, que tiene la configuración y el tamaño del molde; soportar el artículo moldeado en bruto resultante, en un polvo refractario no reactivo; calentar dicho artículo moldeado en bruto para volatilizar el aglomerante orgánico y para sinterizar ligeramente dicho polvo metálico esférico no refractario y formar, de este modo, un esqueleto metálico monolítico coherente; enfriar el esqueleto metálico monolítico resultante e infiltrar dicho esqueleto metálico monolítico con un segundo metal, con un punto de

1 fusión que es por lo menos 25°K más bajo que el punto de  
fusión de dicho polvo metálico esférico de más bajo punto  
de fusión, para formar un artículo metálico moldeado infil-  
trado.

5 2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, caracte-  
terizado además por: mezclar un polvo metálico esférico, no  
refractario con un aglomerante orgánico fugaz, que compren-  
de un material termoplástico; calentar la mezcla de polvo  
y aglomerante resultante por encima de la temperatura de di-  
10 cho molde elástico orgánico; alimentar la mezcla de masa  
plástica a un molde elástico calentado; someter a vibración  
el molde y su contenido calentado a presión reducida; man-  
tener el molde y su contenido calentado sin vibración a una  
temperatura superior a la temperatura de reblandecimiento  
15 del aglomerante orgánico durante 1 a 24 horas; hacer vibrar  
el molde y su contenido; enfriar el molde y su contenido;  
desmoldear dicho contenido aplicando un vacío en la salida  
de dicho molde elástico, con lo cual se forman un artículo  
moldeado en bruto; rellenar el artículo moldeado en bruto  
20 con un polvo refractario no reactivo; calentar dicho artí-  
culo moldeado en bruto para volatilizar el aglomerante orgá-  
nico y sinterizar ligeramente el polvo no refractario forman-  
do con ello un esqueleto monolítico metalúrgicamente inte-  
gral; colocar metal infiltrante sólido contiguo pero sin to-  
25 car a dicho esqueleto, de modo que por fusión el infiltran-  
te fundido, bajo la influencia de la gravedad, fluirá hacia  
la superficie de dicho esqueleto y se pondrá en contacto  
con ella; calentar dicho esqueleto y metal infiltrante por  
encima del punto de fusión de dicho metal infiltrante, con  
30 lo cual dicho infiltrante se funde y fluye hacia dicha super-

1 -ficie del esqueleto y se infiltra en el esqueleto por toda  
la superficie de dicho esqueleto; enfriar el esqueleto in-  
filtrado resultante para formar un artículo metálico de pol-  
vo, esférico, no refractario, moldeado.

5           3ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en  
donde dicha masa plástica se enfría para formar un sólido,  
la mezcla resultante sólida de polvo y aglomerante se mue-  
le hasta una consistencia granular, y la mezcla granular de  
10 polvo y aglomerante se calienta por encima de la temperatu-  
ra de reblandecimiento de dicho aglomerante antes de un tra-  
tamiento adicional.

          4ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en  
donde dicho esqueleto no refractario se coloca en contacto  
directo con dicho metal infiltrante sólido.

15           5ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en  
donde una parte de la superficie de dicho esqueleto monolí-  
tico metalúrgicamente integral se reviste con un polvo de  
óxido de zirconio dejando una parte de dicha superficie del  
esqueleto exenta de polvo de óxido de zirconio, dicho metal  
20 infiltrante sólido se coloca contiguo pero sin tocar a dicho  
esqueleto, de tal modo que por fusión el infiltrante fundi-  
do, bajo la influencia de la gravedad, fluirá hacia dicha  
parte sin revestir de dicho esqueleto y se pondrá en contac-  
to con ella; dicho esqueleto no refractario y dicho metal  
25 infiltrante se calientan por encima del punto de fusión de  
dicho metal infiltrante y dicho infiltrante fluye hacia la  
porción superficial de dicho esqueleto exenta de polvo de  
óxido de zirconio y se infiltra en el esqueleto no refrac-  
tario a través de dicha parte superficial de esqueleto exen-  
30 ta de polvo de óxido de zirconio.

1 6ª.- Un método según la reivindicación 5ª, en el que dicho esqueleto no refractario se coloca en contacto directo con dicho material infiltrante sólido.

5 7ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que dicho aglomerante orgánico es una mezcla de un material termoplástico y un material termoestable.

10 8ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en donde dicho aglomerante orgánico comprende un compuesto carboxílico orgánico seleccionado del grupo consistente en mezclas de ácido esteárico y ácido oleico, ácido oleico, ácido esteárico, ésteres alcohólicos inferiores de ácido oleico, ésteres alcohólicos inferiores de ácido esteárico, ésteres de polietilenglicol del ácido oleico, ésteres de polietilenglicol del ácido esteárico, y mezclas de los mismos.

15 9ª.- Un método según la reivindicación 3ª, en donde dicho aglomerante orgánico es diestearato de polietilenglicol.

20 10ª.- Un método para formar un artículo no refractario, infiltrado, monolítico y configurado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 06.DIC.1978

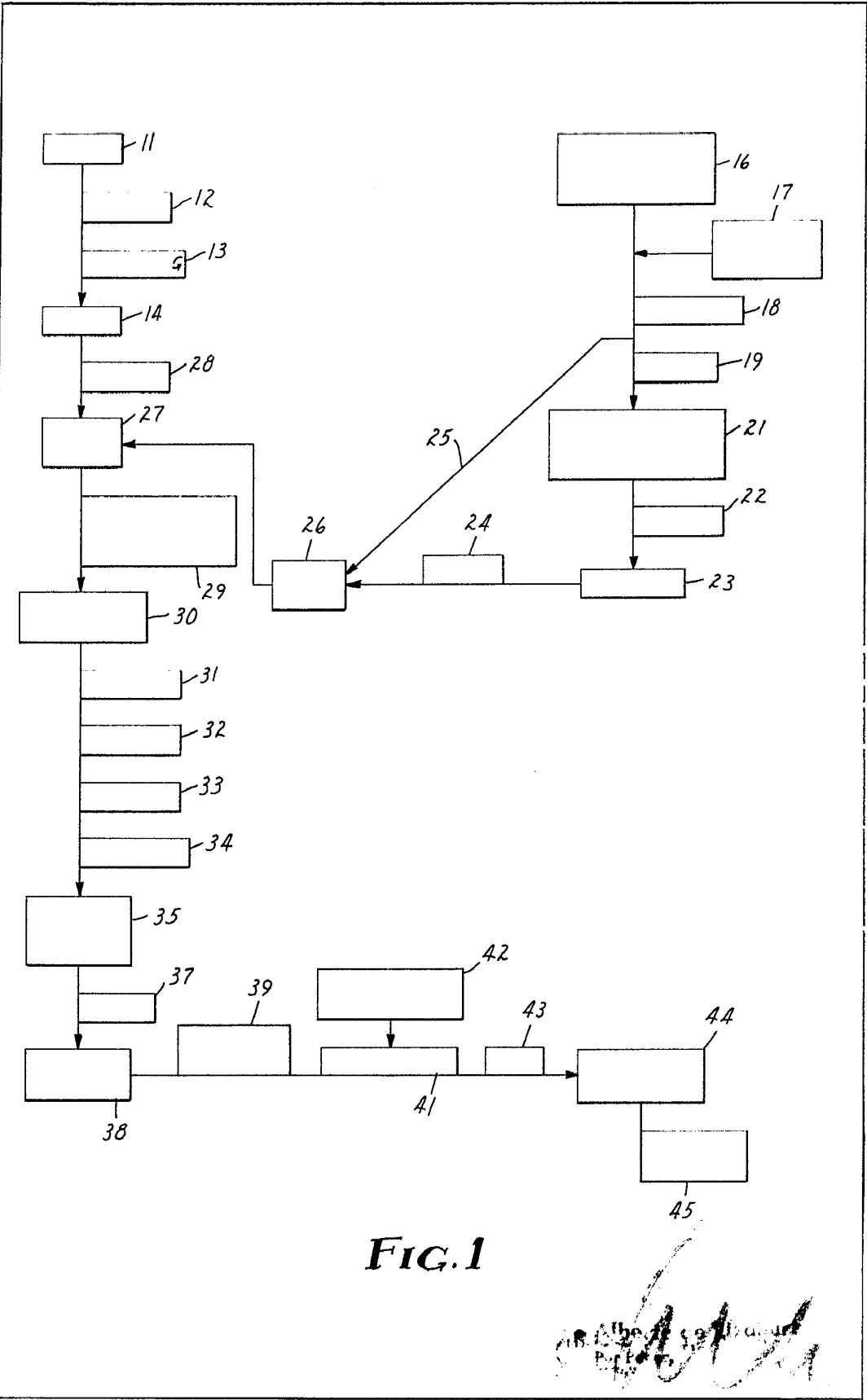
P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder,



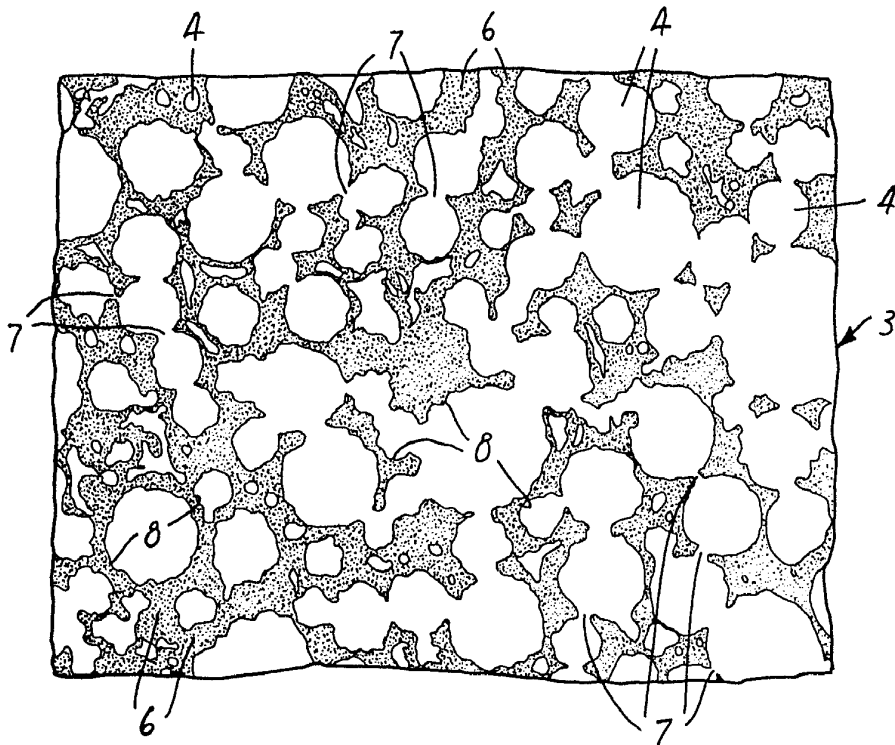
30

27118  
ACM.



**FIG. 1**

Albert S. Johnson  
 1964



*FIG. 2*

Alfonso de Ariz  
Porcelana