



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: **2 317 794**

② Número de solicitud: 200702690

⑤ Int. Cl.: **C04B 35/115** (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **15.10.2007**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **16.04.2009**

Fecha de la concesión: **27.01.2010**

⑭ Fecha de anuncio de la concesión: **16.02.2010**

⑮ Fecha de publicación del folleto de la patente: **16.02.2010**

⑰ Titular/es: **Consejo Superior de Investigaciones Científicas c/ Serrano, 117 28006 Madrid, ES**

⑱ Inventor/es: **Suárez Menéndez, Marta; Fernández Valdés, Adolfo; Torrecillas San Millán, Ramón; Menéndez Río, José Luis y Pecharromán García, Carlos**

⑳ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

① Título: **Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina y material de  $\alpha$ -alúmina policristalina.**

② Resumen:

Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina y material de  $\alpha$ -alúmina policristalina.

La presente invención se refiere a un procedimiento de dopaje para la sinterización de alfa-alúmina que comprende las siguientes etapas:

- a. Preparar una suspensión de polvo de alfa-alúmina en un disolvente, que se mantiene en agitación,
- b. Añadirle una disolución de alcóxido de aluminio, como dopante, en atmósfera inerte,
- c. Secar para eliminar el disolvente hasta obtener un polvo seco, que se tamiza y calcina,
- d. Molienda de atrición del polvo calcinado, secado y tamizado,
- e. Obtención del cuerpo en verde mediante cualquiera de las técnicas existentes, preferentemente conformado por prensado isostático en frío, y
- f. Sinterización del cuerpo en verde obtenido en horno, y al uso del material de alfa-alúmina policristalina para fabricar componentes ópticos o cerámica técnica estructural.

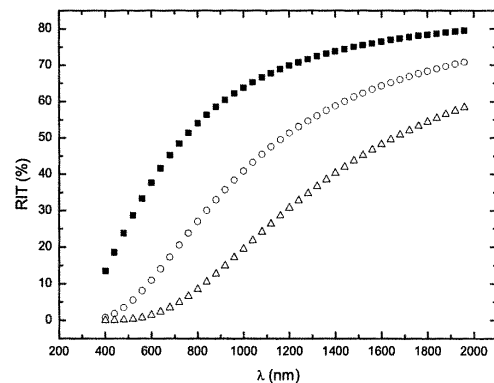


FIGURA 1

ES 2 317 794 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina y material de  $\alpha$ -alúmina policristalina.

## 5 Sector de la técnica

Material de  $\alpha$ -alúmina policristalina para fabricar componentes ópticos o cerámica técnica estructural.

## Estado de la técnica

10 La alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) en fase alfa es un material que cristaliza en el sistema hexagonal, con parámetros de red  $a = 0.475$  nm y  $c = 1.297$  nm. Dicho material presenta buena resistencia mecánica, elevada dureza, resistencia al desgaste, buena estabilidad térmica y química y es resistente a la corrosión, así como biocompatible. Además, su coeficiente de absorción es cero en el rango de  $0.4 \mu\text{m}$  a  $5 \mu\text{m}$ , lo que lo hace ideal para aplicaciones ópticas tales como visores protectores en los que además de la resistencia a impactos se requiere una alta transmitancia óptica. Sin embargo, la fabricación de materiales monocristalinos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (zafiro) resulta extremadamente cara lo que imposibilita la explotación industrial de muchas de sus aplicaciones (pantallas para teléfonos móviles, videoconsolas y otros).

Una alternativa que permite reducir el coste de fabricación consiste en utilizar materiales basados en alúmina policristalina empleando, por ejemplo, métodos de procesamiento cerámico. Sin embargo, durante la etapa de sinterización se produce un crecimiento indeseado del tamaño de grano que, unido al carácter birrefringente de la alúmina [D.R. Lide, CRC Handbook of Chemistry and Physics 86th Edition, (2006)], da lugar a materiales translúcidos en lugar de transparentes y disminuye la dureza de los mismos, de acuerdo a la ley Hall-Petch [E. O. Hall, Proc. Phys. Soc. London Sect. B 64, 747 (1951); N. J. Petch, J. Iron Steel Inst. 173, 25 (1953)], en la que se establece que el límite elástico de un material es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de su tamaño de grano.

El interés en la obtención de alúmina policristalina transparente se remonta a 1962, cuando R. L. Coble patenta cómo obtener alúmina transparente. Sin embargo, el porcentaje de luz transmitida alcanzaba únicamente el 16% en el rango IR, lo que permite considerar que el material era translúcido en lugar de propiamente transparente. Sin embargo, una reducción del tamaño de grano permitiría mejorar la transmitancia real, tal y como se muestra en la Figura 1. Posteriormente, otros autores han recurrido a tratamientos de prensado isostático en caliente posteriores a la sinterización [A. Krell, P. Blank, H. Ma, and T. Hutzler, J. Am. Ceram. Soc., 86 [1] 12-18 (2003); D.T. Castro and R.P. Rusia, US. Patent. 6878456 de 12/04/2005], lo que complica la implementación industrial de dichos procesos.

Los problemas principales que dificultan la obtención de alúmina transparente son el crecimiento anormal de grano y la presencia de poros. Para solventar estos inconvenientes, se han realizado una gran cantidad de estudios acerca de los efectos que producen pequeñas cantidades de aditivos sobre la sinterización de la alúmina, encontrándose que  $\text{MgO}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiC}$  y otros, inhibían el crecimiento de grano de las partículas de alúmina más grandes [S.J. Bennison and M.P. Harmer, Journal of the American Ceramic Society., 66 [5] (1983) C90-C92; S.J. Bennison and M.P. Harmer, Journal of the American Ceramic Society, 68 [1] (1985) C22-C24; R.C. McCune, W.T. Donlon and R.C. Ku, Journal of the American Ceramic Society., 69 [8] (1986) C196-C199; H. Erkalifa, Z. Misirli and T. Baykara, Journal of Materials Processing Technology, 62 (1996) 108-115; L.N. Satapathy, Interceram, 48 [3] (1999) 188-193; S.I. Bae and S. Baik, Journal of Materials Science, 28 (1993) 4197-4204; S.I. Bae and S. Baik, Journal of the American Ceramic Society, 77 [10] 2499-2504; L.J. Bae and S. Baik, Journal of the American Ceramic Society, 80 [5] (1997) 1149-1156; L.C. Stearns and M.P. Harmer, Journal of the American Ceramic Society, 79 [12] (1996) 108-115].

Por otra parte, otros compuestos tales como  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$  y  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  incrementan la velocidad de sinterización y de crecimiento de grano.

Entre las técnicas de dopado de alúmina presentes en la literatura se conoce la existencia de una ruta coloidal [M. Schehl, L. A. Díaz, R. Torrecillas, Acta Materialia 50, (2002) 1125-1139] para la síntesis de compuestos nanoestructurados de Alúmina-Circona, Alúmina-YAG y Alúmina-Circona-Sílice. Según los autores este procedimiento presenta las ventajas de poder conseguir unas microestructuras muy homogéneas y una densidad superior a los alcanzados con alúmina no dopada.

La utilización de los aditivos mencionados anteriormente como medio para controlar el crecimiento del tamaño de grano de la alúmina tiene el inconveniente de que dichos aditivos presentan un índice de refracción diferente al de la alúmina y por tanto su presencia en la matriz de alúmina genera dispersión de luz de acuerdo a la ley de Rayleigh-Ganz. Además, los rangos espectrales en los que estos materiales son transparentes son radicalmente distintos de los de la alúmina, lo que impide completamente cualquier grado de transparencia.

Al margen de procesos de dopado, existen en la literatura otros procedimientos para la producción de materiales de alúmina policristalina pura con alta densidad y transparencia [G. Bernard-Granger, S. Christophe, WO2006125900 de 30/11/2006] pero no permiten un control sobre el crecimiento del tamaño de grano de forma que sólo es posible obtener un material con reducido tamaño de grano de alúmina si el polvo de  $\alpha$ -alúmina de partida tiene a su vez un tamaño de grano muy fino (alrededor de 20 nm). Esta limitación en el tamaño de grano del polvo de partida implica a su vez un incremento en el coste de producción.

## ES 2 317 794 B1

La presente invención se refiere a una técnica de dopaje que permite sinterizar  $\alpha$ -alúmina a elevada densidad, próxima al 100%, minimizando el crecimiento de grano. Dicha técnica de dopaje implica el empleo de alcóxidos de aluminio que, tras un proceso de oxidación y un tratamiento térmico, se convierten en alúmina.

### 5 Descripción de la invención

El procedimiento desarrollado permite solventar los problemas antes mencionados consiguiendo mediante un proceso de bajo coste controlar el crecimiento de grano de la alúmina durante la sinterización obteniéndose un material de  $\alpha$ -alúmina policristalina caracterizado por un tamaño de grano inferior a 0.4 micras (ver Figura 2), con muy baja porosidad (densidad superior al 99% respecto a la teórica de la alúmina), alta transmitancia (superior al 70% en el rango infrarrojo) y una extremada dureza (superior a 20 GPa). La técnica de dopaje permite sinterizar  $\alpha$ -alúmina a elevada densidad, próxima al 100%, minimizando el crecimiento de grano. Dicha técnica de dopaje implica el empleo de alcóxidos de aluminio que, tras un proceso de oxidación y un tratamiento térmico, se convierten en alúmina.

### 15 Descripción breve

El objeto de la presente invención lo constituye un procedimiento de dopaje que impide el crecimiento del tamaño de grano de la alúmina durante la sinterización y permite obtener materiales puros de  $\alpha$ -alúmina policristalina de tamaño de grano inferior a 0.4 micras que comprende los siguientes pasos:

- 20 a) Preparar una suspensión de polvo de  $\alpha$ -alúmina en un disolvente, que es preferentemente un alcohol de 2 a 6 átomos de carbono, y más preferentemente aún, es etanol, que se mantiene en agitación
- 25 b) Añadirle una disolución de alcóxido de aluminio, en atmósfera inerte
- c) Secar para eliminar el disolvente, hasta obtener un polvo seco, que se tamiza y calcina
- 30 d) Molienda de atrición del polvo calcinado durante 1 hora, preferentemente en medio acuoso con bolas de alúmina pura, secado y tamizado
- e) Obtención del cuerpo en verde mediante cualquiera de las técnicas existentes, preferentemente conformado por prensado isostático en frío
- 35 f) Sinterización del cuerpo en verde obtenido en horno.

### Descripción detallada

La presente invención se enfrenta al problema de proporcionar mediante un procedimiento de bajo coste materiales puros de  $\alpha$ -alúmina policristalina con un tamaño de grano inferior a la micra destinados a dispositivos ópticos, que requieran altos índices de transmitancia así como en elementos de cerámica técnica estructural en los que se requieren altas prestaciones mecánicas.

Ejemplos de posibles aplicaciones de la invención son: fabricación de esferas de relojes, ventanas transparentes para escáneres y cámaras. Fabricación pantallas de dispositivos electrónicos y de lámparas de sodio de alta presión.

Los invención se basa en que es posible utilizar una ruta de alcóxidos para dopar una matriz de alúmina con alcóxido de aluminio consiguiendo de forma económica materiales de alúmina policristalina con tamaño de grano submicrómetro (ver Figuras 2 y 3) con una porosidad muy baja, inferior al 0,1%, alta transmitancia, superior al 70% en el rango infrarrojo medida en muestras de 1 mm de espesor, y una dureza extrema, superior a 20 GPa. Este método de dopaje permite obtener materiales con menor tamaño de grano a igual densidad (ver Figura 4).

El objeto de la invención lo constituye un procedimiento que consta, según una realización preferente, de las siguientes fases:

- 55 a) La suspensión de polvo de  $\alpha$ -alúmina en etanol se prepara con un contenido en sólidos en el intervalo 30-70% en peso. Esta suspensión se mantiene en un agitador-calentador magnético.
- b) En atmósfera inerte se añade al polvo de  $\alpha$ -alúmina la cantidad de una disolución de alcóxido de aluminio correspondiente al porcentaje de dopante que se desea obtener en el material final, en el intervalo 0.01-10 vol%, manteniendo la agitación magnética.
- 60 c) Secado para eliminar el disolvente, generalmente siguiendo dos pasos, primero a una temperatura inferior a 70°C, bajo agitación continua, y posteriormente a una temperatura superior a 100°C, por ejemplo en estufa, hasta obtener un polvo seco. Tamizado del polvo seco de mediante una malla estándar, preferentemente por debajo de 63 micras. Calcinación del polvo de a temperaturas comprendidas entre 400 y 950°C, preferentemente 800°C, durante al menos 15 minutos.
- 65

## ES 2 317 794 B1

d) Molienda de atrición del polvo calcinado durante al menos 45 minutos, en medio acuoso con bolas de alúmina pura, preferentemente de 3 mm. Secado del polvo molido en estufa a 120°C. Tamizado del polvo resultante mediante una malla estándar, preferentemente por debajo de 63 micras.

e) Obtención del cuerpo en verde mediante cualquiera de las técnicas existentes, preferentemente conformado por prensado isostático en frío.

f) Sinterización del cuerpo en verde en horno convencional en condiciones de atmósfera de aire y temperaturas variables entre 1150 y 1500°C con estancias superiores a 10 minutos (Ejemplo 1) o en horno convencional siguiendo un tratamiento de dos etapas 1350/1250, con estancias superiores a 10 minutos a la temperatura inferior o en horno de Spark Plasma Sintering (SPS), empleando una temperatura de sinterización entre 1000-1600°C y una velocidad de calentamiento entre 5°C/min-130°C/min

Mediante este procedimiento es posible obtener materiales ultraduros (dureza superior a 20 GPa) y con un grado de transmitancia superior a las muestras no tratadas.

### Descripción de las figuras

Figura 1.- Transmitancia real en línea calculada mediante programa informático GBOptics desarrollado por U. Aschauer (Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne) para muestras densas de alúmina con un tamaño de grano promedio de 400 nm (cuadrados rellenos), 1000 nm (círculos vacíos) y 2000 nm (triángulos vacíos).

Figura 2.- Imagen de microscopia electrónica de barrido de la microestructura de un material de alúmina no dopado de acuerdo al método indicado en la presente solicitud y sinterizado a 1380°C en atmósfera convencional. El tamaño de grano promedio de este material se encuentra próximo a las 2 micras.

Figura 3.- Imagen de microscopia electrónica de barrido de la microestructura de un material de alúmina dopado con un 10% de óxido de aluminio y sinterizado a 1380°C en atmósfera convencional. El tamaño de grano es de 0.4 micras.

Figura 4.- Densidad en función del tamaño de grano para muestras de alúmina sinterizadas a 1380°C durante 2 h, tanto dopadas (triángulos: óxido de Al; cuadrados: secbutóxido de Al) como no dopadas (círculos).

### Ejemplos de realización

*Material de alúmina policristalina dopada con alcóxidos de aluminio como realización particular del procedimiento objeto de la invención*

Las materias primas de partida son:

- Polvo oxídico: Alúmina Taimei ( $\alpha$ -alúmina, TM-DAR, con tamaño medio de partícula de 158 nm y pureza superior al 99%)
- Etóxido de aluminio (>97%)
- Etanol absoluto (99.97%)

Se emplearon 100 gr. de  $\alpha$ -alúmina que fueron puestos en dispersión en 100 gr. de etanol puro Posteriormente se añadió gota a gota, en atmósfera inerte, 400 ml de una disolución de etóxido de aluminio en etanol absoluto de concentración  $4.9 \times 10^{-2}$  M (1% en volumen). Esta solución se calentó a 60°C bajo agitación continua para eliminar el disolvente y posteriormente se sometió a un secado a 120°C para completar la eliminación del disolvente restante.

El producto seco así obtenido, se tamizó mediante una malla estándar de 63 micras y el polvo se trató térmicamente a 800°C durante 2 h empleando una rampa de calentamiento de 5°C/min. Este polvo se muele por atrición con bolas de alúmina pura preparando una suspensión en medio acuoso con un contenido en sólidos del 60% en peso y utilizando una proporción polvo: bolas de 1:4.

De nuevo el polvo obtenido se secó en estufa a 120°C y se tamizó mediante el empleo de una malla estándar de 63 micras y se sometió a un proceso de conformado por prensado isostático en frío para obtener el cuerpo en verde.

El material denso obtenido, cuerpo en verde, fue sinterizado en horno convencional en aire a una temperatura de 1380°C empleando una rampa de calentamiento de 10°C/min durante 2 horas.

El material resultante fue sometido a un test de dureza mediante un microdurómetro Buehler Micromet 5103 resultando ser de 20 GPa.

## ES 2 317 794 B1

El tamaño de grano de la  $\alpha$ -alúmina dopada es de 0.4 micras (Figura 3). La transmitancia en el rango infrarrojo (2.5-25 micras) fue medida mediante un espectrómetro Nicolet Magna-IR560, obteniéndose un valor de 70%.

La densidad del material es de 3,93 g/cc, es decir un 98,8% respecto a la densidad teórica de la alúmina (Figura 4).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

# ES 2 317 794 B1

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina **caracterizado** porque comprende las siguientes etapas:
- Preparar una suspensión de polvo de  $\alpha$ -alúmina en un disolvente, que se mantiene en agitación,
  - Añadirle una disolución de alcóxido de aluminio, como dopante, en atmósfera inerte,
  - 10 Secar para eliminar el disolvente, hasta obtener un polvo seco, que se tamiza y calcina,
  - Molienda de atrición del polvo calcinado, secado y tamizado
  - 15 Obtención del cuerpo en verde mediante cualquiera de las técnicas existentes, preferentemente conformado por prensado isostático en frío, y
  - 20 Sinterización del cuerpo en verde obtenido en horno.
2. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el disolvente es un alcohol de 2 a 6 átomos de carbono.
3. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado** porque el disolvente es etanol.
- 25 4. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la molienda de atrición del polvo calcinado se lleva a cabo durante 1 hora, en medio acuoso con bolas de alúmina pura, secado y tamizado.
- 30 5. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según la reivindicación 1 **caracterizado** porque la suspensión de polvo de  $\alpha$ -alúmina en etanol tiene un contenido en sólidos en el intervalo del 30-70% en peso.
6. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque el porcentaje de dopante esta en el intervalo 0.01-10 vol%.
- 35 7. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque el secado para eliminar el disolvente, se hace siguiendo dos pasos, primero a una temperatura inferior a 70°C, bajo agitación continua, y posteriormente a una temperatura superior a 100°C, por ejemplo en estufa.
- 40 8. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque la calcinación del polvo se realiza a temperaturas comprendidas entre 400 y 950°C, preferentemente 800°C, durante al menos 15 minutos.
- 45 9. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque el tamizado del polvo se realiza mediante una malla estándar, preferentemente por debajo de 63 micras.
10. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 6 **caracterizado** porque la etapa de sinterización tiene lugar en horno convencional en condiciones de atmósfera de aire y temperaturas variables entre 1150 y 1500°C con estancias superiores a 10 minutos.
- 50 11. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque la etapa de sinterización tiene lugar en horno convencional siguiendo un tratamiento de dos etapas 1350/1250, con estancias superiores a 10 minutos.
- 55 12. Procedimiento de dopaje para la sinterización de  $\alpha$ -alúmina según una de las reivindicaciones 1 a 9 **caracterizado** porque la etapa de sinterización tiene lugar en horno de Spark Plasma Sintering (SPS), empleando una temperatura de sinterización entre 1000-1600°C y una velocidad de calentamiento entre 5°C/min-130°C/min.
- 60 13. Material de  $\alpha$ -alúmina policristalina obtenido según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** porque tiene una densidad superior al 98%, una transmitancia superior al 70% en rango infrarrojo y una dureza superior a 20 GPa.
14. Uso del material de  $\alpha$ -alúmina policristalina según la reivindicación anterior para la elaboración de dispositivos ópticos con altos índices de transmitancia, como esferas de relojes, ventanas transparentes para escáneres y cámaras, así como pantallas de dispositivos electrónicos y lámparas de sodio de alta presión.
- 65 15. Uso del material de  $\alpha$ -alúmina policristalina según la reivindicación 13 en la elaboración de elementos de cerámica técnica estructural.

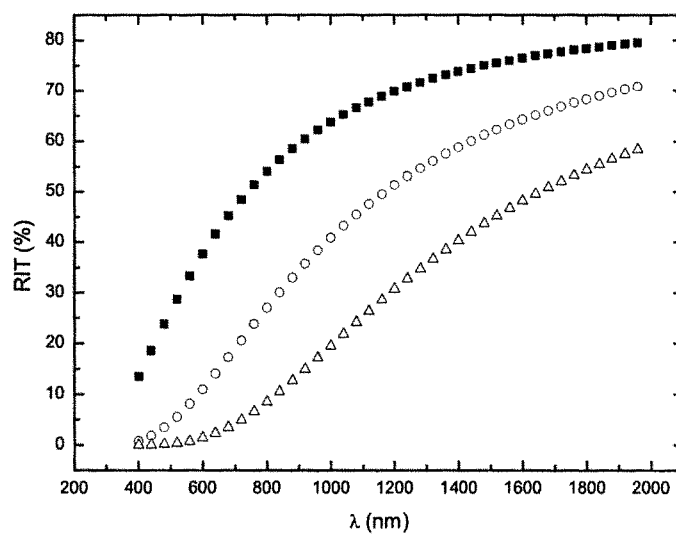


FIGURA 1

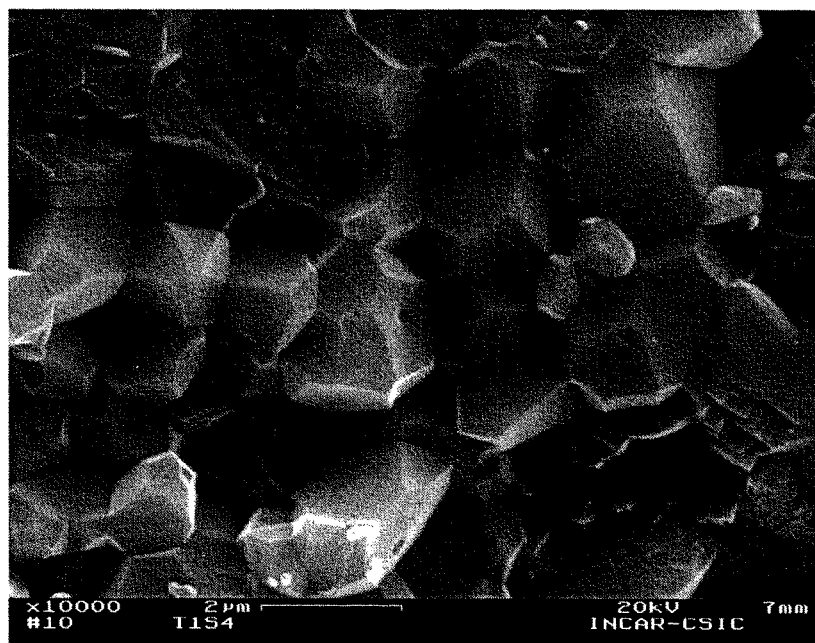


FIGURA 2

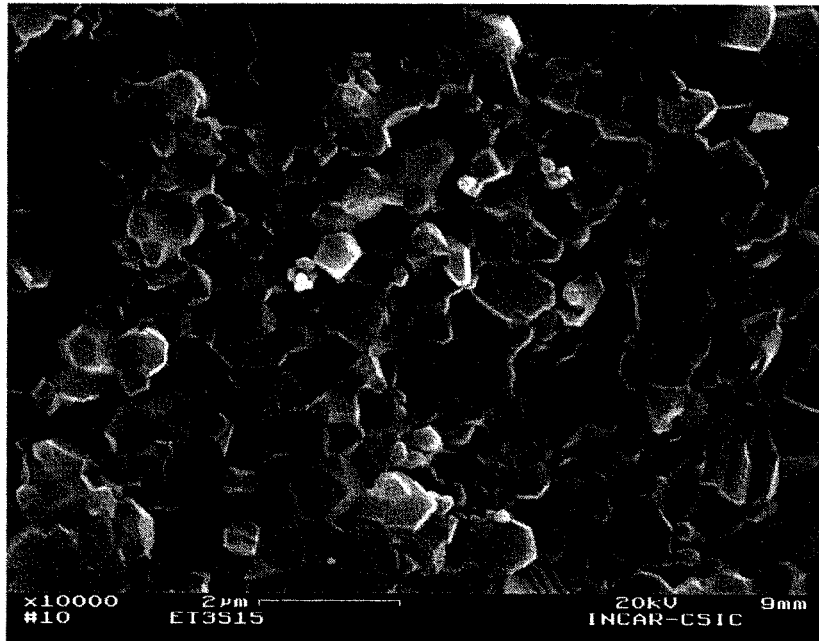


FIGURA 3

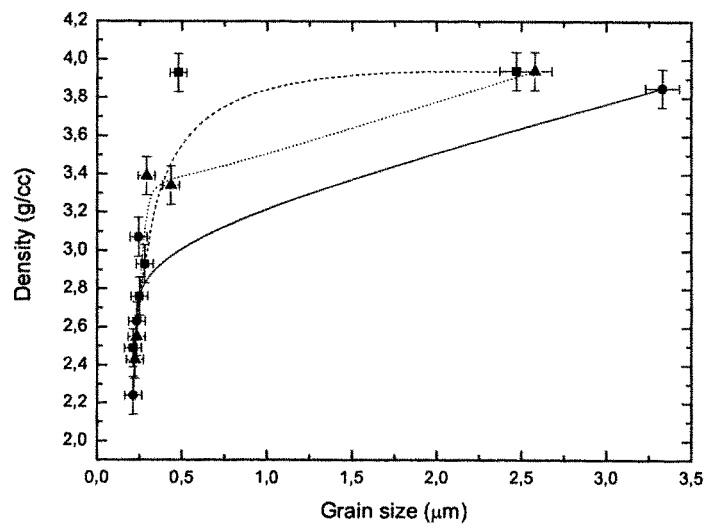


FIGURA 4



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 317 794

② Nº de solicitud: 200702690

③ Fecha de presentación de la solicitud: 15.10.2007

④ Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: C04B 35/115 (2006.01)

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WO 2006125900 A1 (SAINT-GOBAIN CENTRE DE RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN) 30.11.2006, resumen; página 2, línea 21 - página 3, línea 18; página 8, líneas 28-31; reivindicaciones 1-7; figura 1.	13-15
Y	SCHEHL, M., et al., Alumina nanocomposites from powder-alkoxide mixtures, Acta Materialia, 2002, Vol. 50, páginas 1125-1139, resumen; párrafos: "2.1.Processing route of the alumina based composites", "3. Results", "4.1.Sintering and microstructural evolution" y "5.Conclusions"; figuras 1,10.	1-15
Y	US 2004184989 A1 (MAKI, H., et al.) 23.09.2004, resumen; párrafos [0010]-[0020]; reivindicaciones 1-3,5,7.	1-15
A	WO 0138252 A2 (YAZAKI CORPORATION) 31.05.2001	1-15

#### Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

#### El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

26.02.2009

Examinador

M. García Poza

Página

1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C04

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, ISI-WEB, XPESP

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 26.02.2009

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-12	<b>SÍ</b>
	Reivindicaciones 13-15	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones	<b>SÍ</b>
	Reivindicaciones 1-15	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión:**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

**1. Documentos considerados:**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	WO2006125900	30.11.2006
D02	SCHEHL, M., Acta Materialia	2002
D03	US2004184989	23.09.2004

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

El objeto de la invención es un procedimiento de dopaje para la sinterización de alfa alúmina, el material de alfa alúmina policristalino y el uso de dicho material en la fabricación de dispositivos ópticos y elementos cerámicos estructurales.

**- Novedad:**

El documento D01 divulga un material de alfa alúmina policristalina sinterizada que presenta una densidad superior al 99,95% de la densidad teórica de la alúmina, una transmitancia superior al 80% en el infrarrojo, siendo el tamaño de grano de la alúmina superior a 0,3 micrómetros. También se menciona que este material puede ser utilizado como material cerámico y en aplicaciones ópticas. Por lo tanto, el objeto de la invención recogido en las reivindicaciones 13 a 15 carece de novedad.

**- Actividad inventiva:**

El documento D02 divulga un procedimiento de dopaje de alúmina para la sinterización de alfa alúmina que utiliza como materias primas alfa alúmina y alcóxidos de itrio, circonio y/o sílice. De este modo se consiguen unas microestructuras muy homogéneas y una densidad superior a la alcanzada con alúmina no dopada. El procedimiento divulgado comprende:

- preparar una suspensión de alfa alúmina en etanol, y añadir una disolución del alcóxido metálico,
- secar la mezcla para eliminar el disolvente (primero bajo agitación a 70°C y posteriormente en aire a 120°C durante 24 horas), calcinar (850°C durante 2 horas, para eliminar los residuos orgánicos), moler (molienda de atricción en molino de bolas de zirconia o de alúmina) y tamizar (malla de 45 micras) el polvo,
- prensar el polvo y sinterizar el cuerpo en verde en aire a 1600 °C durante 2 horas.

Este documento explica cómo el alcóxido metálico se une a la superficie de las partículas de alfa alúmina y que gracias a esta unión el crecimiento de grano de dichas partículas durante la sinterización es uniforme y la densidad del material final es muy superior a la del material sin dopar.

La diferencia entre el procedimiento divulgado en el documento D02 y el recogido en las reivindicaciones 1 a 12 radica en el empleo de alcóxido de aluminio en lugar de otros alcóxidos metálicos, en la obtención de polvo policristalino sinterizable de alúmina.

El problema técnico que subyace por lo tanto de la presente solicitud se puede establecer como la provisión de un material de alfa alúmina policristalino, que tenga una microestructura muy homogénea y una densidad elevada.

El documento D03 divulga un procedimiento de preparación de polvo de alfa alúmina que comprende:

- mezclar alfa alúmina con un disolvente, añadir una suspensión de una sal de aluminio, que puede ser un alcóxido de aluminio, eliminar el disolvente, calcinar, moler el polvo.

El polvo obtenido se sinteriza y se obtiene un material adecuado para uso como material cerámico estructural o material translúcido para fabricar varios tipos de lámparas.

A la vista de la información recogida en el documento D03, sería obvio para un experto en la materia reemplazar los alcóxidos metálicos del procedimiento divulgado en D02 por un alcóxido de aluminio, obteniendo de este modo un material de alfa alúmina policristalino transparente en el infrarrojo.

Por tanto, las reivindicaciones 1-15 carecen de actividad inventiva con relación a lo divulgado en los documentos D02 y D03.