



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 323 841**

② Número de solicitud: 200800084

⑤ Int. Cl.:

B22F 9/16 (2006.01)

C22C 21/00 (2006.01)

B22F 3/14 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **14.01.2008**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **24.07.2009**

Fecha de la concesión: **14.05.2010**

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **28.05.2010**

⑯ Fecha de publicación del folleto de la patente:
28.05.2010

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

⑱ Inventor/es: **Díaz Rodríguez, Luis Antonio y
Torrecillas San Millán, Ramón**

⑳ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

② TÍTULO: **Procesamiento coloidal para la obtención de materiales compuestos nanoestructurados metal-intermetálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas.**

③ Resumen:

Procesamiento coloidal para la obtención de materiales compuestos nanoestructurados metal-intermetálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas.

La pulvimetalurgia es un método de procesamiento de materiales metálicos en el que unos polvos metálicos de partida son compactados y posteriormente transformados mediante un tratamiento térmico en un material metálico por debajo de su punto de fusión. El método coloidal desarrollado en esta invención permite obtener materiales compuestos nanoestructurados, dopando las partículas metálicas de partida con alcóxidos metálicos para poder obtener "in situ" nanopartículas metálicas (intermetálicos) cuando se procesan estos polvos por el método pulvimetalúrgico tradicional.

ES 2 323 841 B1

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

DESCRIPCIÓN

Procesamiento coloidal para la obtención de materiales compuestos nanoestructurados metal-intermetálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas.

5 **Sector de la técnica**

Componentes metálicos para aplicaciones estructurales en los sectores del automóvil, industria aeronáutica, biomateriales, etc.

10 **Estado de la técnica**

15 La pulvimetalurgia es un método de procesamiento en el que se utilizan metales y óxidos metálicos en polvo, que se comprimen a elevadas presiones a temperatura ambiente para obtener la resistencia en verde requerida. Posteriormente, se efectúa la sinterización en un horno con una atmósfera generalmente inerte, siendo en esta etapa donde se enlazan las partículas de polvo entre sí, desarrollándose así las propiedades físicas y mecánicas deseadas.

20 La pulvimetalurgia ofrece varias posibilidades para mejorar las propiedades del material, como por ejemplo (www.epma.com):

- Refinamiento de la microestructura, por ejemplo tamaño de grano.
- Aumento del límite de solubilidad de los elementos aleantes.
- 25 • Introducción de elementos que no pueden alearse convencionalmente.
- Facilidad para crear nuevas fases metaestables resistentes.
- 30 • Dispersión homogénea de óxidos, carburos y otras partículas que refuerzan la estructura.

Los materiales compuestos de matriz metálica (MCM) son producidos por fusión y por métodos pulvimetalúrgicos. En el caso de la pulvimetalurgia, se producen compuestos de matriz metálica reforzada sin que se presenten los fenómenos de segregación típicos de los procesos de fusión. Un parámetro muy importante a tener en cuenta en este tipo de procesamiento es que todas las partículas estén homogéneamente distribuidas en la mezcla para obtener una buena microestructura, ya que esta juega un papel muy importante en las propiedades mecánicas del compuesto (Torralba, J.M., Da Costa, C.E., and Velasco, F., P/M aluminum matrix composites: an overview. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, 133, 203-206) (Fogagnolo, J.B, Robert, M.H., Ruiz-Navas, E.M., and Torralba, J.M., 6061 Al reinforced with zirconium diboride particles processed by conventional powder metallurgy and mechanical alloying. *Journal of Materials Science*, 2004, 39, 127-132).

En la actualidad, una nueva familia de partículas de reforzamiento, los intermetálicos, está siendo estudiada para mejorar ese comportamiento estructural de la matriz metálica (Torralba, J.M., Da Costa, C.E., and Velasco, F., P/M aluminum matrix composites: an overview. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, 133, 203-206) (Da Costa, E., Zapata, W.C., Velasco, F., Ruiz Prieto, J.M., and Torralba, J.M., Wear behaviour of aluminum reinforced with nickel aluminide). Los intermetálicos tienen una estequiometría simple, como por ejemplo: Ti_3Al , $NiAl$, $Be_{17}Nb_2$, etc.. Están constituidos por dos o más enlaces metálicos, pero a diferencia de los metales ordinarios, éstos tienen enlaces que son parte metálicos, parte covalentes y parte iónicos. Debido a su enlace mixto, estos materiales son más livianos, rígidos y resistentes a la corrosión que los metales, particularmente a altas temperaturas. Esta mezcla de enlaces les confiere unas propiedades que son intermedias entre los materiales metálicos y cerámicos (Russell, A.M., Ductility in intermetallic compounds. *Advanced Engineering Materials*, 2003, 5, 629-639). En general, para la introducción "*in-situ*" de las nanopartículas intermetálicas se siguen diversos procedimientos como por ejemplo las reacciones existentes entre el elemento metálico con metales fundidos para conseguir una buena dispersión e interacción matriz-intermetálico, empleando para ello diversas tecnologías como DMR (direct melt reaction), DIMOX (directed melt-oxidized), entre otras (Zhao, Y.T., Cheng, X.N., Dai, Q.X., Cai, L., Sun, G.X. Crystal morphology and growth mechanism of reinforcements synthesized by direct melt reaction in the system Al-Zr-O, *Mater. Sci. Eng. A*, 360, 315-318).

En nuestra invención, se ha tenido en cuenta una característica fundamental que está presente en la mayoría de los metales: la capa nanométrica de óxido que los recubre y pasiva frente a la atmósfera de su entorno (Fig. 1). Esta capa oxidada que envuelve a los metales impide la difusión del oxígeno hacia los mismos y les hace ser inertes frente al medio. La estructura composicional de esta capa es compleja pero en el caso del aluminio, por ejemplo, consta fundamentalmente de una zona interna próxima al metal de naturaleza amorfa oxidada-hidroxiada que paulatinamente da paso a una película final de bayerita, $Al(OH)_3$ (Nsoki, P., Characterization of aluminum hydroxide thin film on metallic aluminum powder, *Materials Letters*, 2003, 2907-2913).

Hasta el momento no se han encontrado, en la literatura revisada, investigaciones llevadas a cabo siguiendo el método coloidal que aquí se propone, con el objeto de obtener compuestos nanoestructurados de matriz de metálica

(Al, Ti, Cu, etc) y con una segunda fase intermetálica (Ti, Zr, Mo, Ni, etc.). En el aluminio, por ejemplo, existe una amplia variedad de fases intermetálicas que actúan como refuerzo en la matriz del compuesto (Zheng, Q., Wu, B., and Reddy, R., *In-situ* processing of Al alloy composites. *Advanced Engineering Materials*, 2003, 5, 3, 167-172) (Zou, J., Fu, C.L., and Yoo, M.H., Phase stability of intermetallics in the Al-Ti system: A first-principles total-energy investigation. *Intermetallics*, 1995, 3, 265-269) y han sido objeto de muchos estudios, debiéndose al carácter altamente electronegativo y trivalente de dicho metal (Ye, H., An overview of development of Al-Si-alloy based material for engine applications. *ASM International, JMEPEG* 12, 2003, 288-297). Las aleaciones de titanio son también otro claro ejemplo de materiales compuestos de matriz metálica con una amplia variabilidad de aplicaciones industriales dado su elevada resistencia mecánica y ligereza de peso (Choubey, A., Basu, B., and Balasubramaniam, R., Electrochemical behaviour of intermetallic Ti₃Al-based alloys in simulated human body fluid environment. *Intermetallics*, 2004, 12, 679-682).

En esta invención se ha conseguido la síntesis “*in-situ*” de nanopartículas intermetálicas para que actúen como refuerzo dentro de la matriz metálica. La reacción superficial que se plantea en los granos del metal es la de hidrólisis entre el óxido metálico y esa capa de pasivación que dichos granos metálicos poseen.

Descripción de la invención

En esta invención se describe un procedimiento totalmente nuevo para la incorporación de nanopartículas intermetálicas en una matriz metálica empleando una metodología coloidal al trabajar con polvos metálicos. Este nuevo método se fundamenta en esa característica propia de los metales de poseer una capa oxidada que los recubre en contacto con la atmósfera. Dicha capa es aprovechada como sustrato para hacer posible sobre ella las reacciones que en la misma se verifican y con ello la aparición de las nanopartículas. La morfología de éstas dependerá de la estructura cristalina del intermetálico formado, desde tipo “whisker”, con anchuras promedio entre los 150-200 nm y unas longitudes promedio entre las 0,6 y 2 micras, o bien de tipo globular, etc.. La concentración de estas partículas intermetálicas puede estar entre 0,1-50% en peso. El polvo de metal que se utiliza puede tener un tamaño de partícula nanométrica (< 200 nm) o bien micrométrica (< 50 micras).

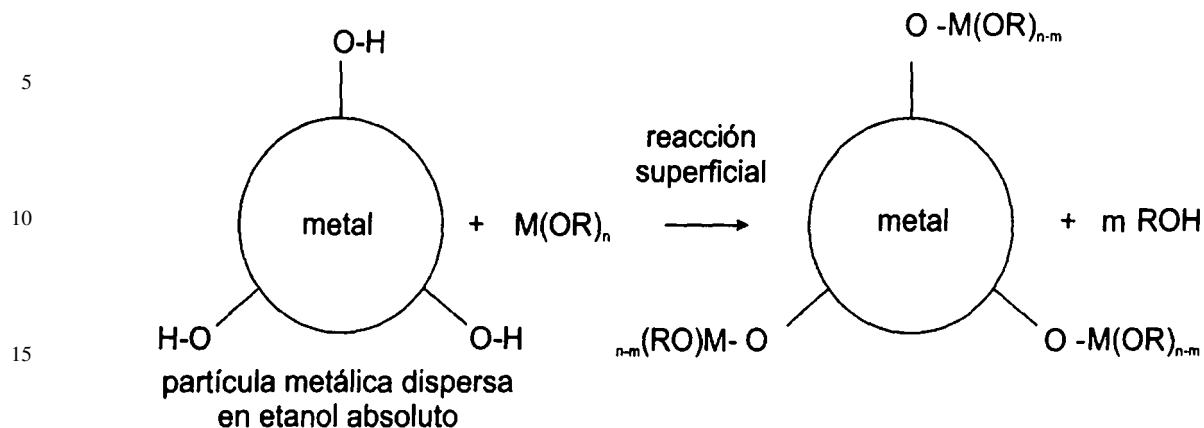
La obtención de los materiales compuestos nanoestructurados de metal con nanopartículas dispersas de intermetálicos de Ti, Zr, Mo, etc., se lleva a cabo con los siguientes productos:

- 1) Polvo metálico de elevada pureza (> 99%) con tamaños de grano comprendidos entre 0,1-20 micras.
- 2) Óxido metálico simple, doble o múltiple (heterometálicos).
- 3) Etanol absoluto como medio solvente.
- 4) Cámara de guantes con posibilidad de controlar la atmósfera de trabajo.

El procedimiento seguido se describe a continuación, siempre trabajando en la cámara de guantes bajo una atmósfera de flujo continuo de nitrógeno de alta pureza (99,9%):

- a) El polvo metálico se pone en suspensión en etanol absoluto con una concentración en sólidos entre el 40-50% en peso, poniendo todo el conjunto en agitación o bien magnética o bien mecánica para tener una buena dispersión. Además se debe de introducir todo el conjunto en un baño de ultrasonidos durante al menos 3 minutos.
- b) Una vez que se consigue una buena dispersión del polvo metálico, y de forma paralela, se prepara una solución del óxido correspondiente en la concentración requerida para obtener el material nanoestructurado. La cantidad de óxido pesada se diluye al 50% en peso con etanol absoluto para efectuar una dilución y se agita ligeramente.
- c) A continuación, dicha solución diluida es incorporada gota a gota sobre la suspensión de metal preparada con anterioridad y siempre bajo agitación del medio para favorecer la mezcla íntima de ambos líquidos y procurar una reacción homogénea de todos los componentes.
- d) Se produce una reacción de hidrólisis entre el óxido metálico y los grupos OH- que están presentes en la capa superficial oxidada que recubre a las partículas de metal, según:

e)



20 De esta manera, se consigue un recubrimiento de las partículas metálicas mediante una reacción de sustitución entre el metal del alcóxido y los grupos OH- presentes sobre la partícula metálica.

- 25 f) A continuación el solvente se elimina por evaporación calentando la solución, siempre bajo agitación.
- g) Se pone todo el polvo seco en una estufa de laboratorio a secar durante 24 horas a una temperatura por debajo de 70°C.
- 30 h) El polvo seco se tamiza por debajo de 63 micras en un cedazo de nylon y una vez hecho esto el polvo está listo para ser utilizado para su conformado y la obtención de piezas mediante los procedimientos metalúrgicos de compactado.
- 35 i) Las piezas metálicas densas nanoestructuradas con partículas intermetálicas, se obtienen cuando se tratan térmicamente a la temperatura de sinterización correspondiente los polvos nanocompuestos, según los métodos tradicionales pulvimetalúrgicos. (CIP, hot pressing, sinter-forging, HIP, SPS, etc.).

Descripción de las Figuras

40 Figura 1.- Esquema de la capa de óxido que recubre a las partículas de metal.

Figura 2.- Intermetálico $ZrAl_3$ detectado por difracción de rayos X. Reflexión (114) pico de máxima intensidad.

45 Figura 3A.- Microestructura de la composición Al+0,5% Zr sinterizada por prensado uniaxial en caliente donde se aprecian las nanopartículas de whiskers intermetálicos $ZrAl_3$.

Figura 3B.- Microestructura de la composición Al+1,5% Zr sinterizada por prensado uniaxial en caliente donde se aprecian las nanopartículas de whiskers intermetálicos $ZrAl_3$.

50 Figura 4.- Difractograma de rayos X de las fases detectadas en el material nanoestructurado Al/Ti.

Figura 5.- Microestructura de la composición Al-5% Ti sinterizada por Spark Plasma Sintering (SPS) donde se advierten las nanopartículas de $TiAl_3$.

Forma de realización de la invención

60 Con el objeto de llegar a una mejor comprensión del objeto y funcionalidad de esta patente, y sin que se entienda como soluciones restrictivas, se describirán dos ejemplos de composiciones:

Ejemplo 1

65 *Obtención de la composición Al-intermetálico de Zr a partir de las materias primas siguientes*

1. Polvo de aluminio atomizado del 99,5% de pureza, siendo el tamaño medio de partícula de 6 micras, con un 95% < 15 micras.

ES 2 323 841 B1

2. Propóxido de circonio IV ($C_{12}H_{28}O_4Zr$) (el alcóxido se encuentra diluido al 70% en peso en 2-propanol).
3. Etanol absoluto (99,7% de pureza), utilizado como medio solvente.

5 Se han obtenido las siguientes composiciones de materiales nanoestructurados de Al-intermetálico Zr: 0,5% Zr, 1% Zr y 1,5% Zr (todos los % en peso). Para todas las composiciones se realizó el mismo procedimiento, explicándose a continuación las cantidades intervinientes en función del 1,5% Zr:

10 Se utilizaron 100 gr de polvo de aluminio que fueron puestos en suspensión en 100 gr de etanol absoluto bajo continua agitación magnética. En otro vaso de precipitados se pesó la cantidad de 7,81 gr de propóxido de circonio y se adicionó una cantidad igual aproximadamente de etanol absoluto para diluir la mezcla. A continuación, esta suspensión se fue añadiendo gota a gota sobre los polvos de aluminio sin dejar de agitar. Una vez incorporado todo a la mezcla, el contenido se continuó agitando y elevando la temperatura ($<70^{\circ}C$) hasta llevarla a estado viscoso para finalmente introducirlo en una estufa de laboratorio a $60^{\circ}C$ durante 24 horas. El producto seco, se tamizó por debajo
15 de 63 micras y unos 50 gr fueron compactados en un horno de prensado uniaxial en caliente de la casa alemana KCE GMBH®, modelo HPW 150/200-2200-100AS. La pieza precompactada se sometió a un tratamiento térmico, inicialmente en vacío, hasta $575^{\circ}C$ y a continuación el vacío fue reemplazado por una atmósfera de argón y se mantuvo a dicha temperatura durante una hora. La fuerza aplicada fue de 40k N en una matriz de 50 mm de diámetro.

20 En la Figura 2, se puede contemplar una representación parcial ($35-41^{\circ}$, 2θ) de los difractogramas de rayos X obtenidos de las piezas sinterizadas, tanto para el aluminio puro como de cada una de las composiciones realizadas. El intermetálico Al/Zr que aparece es en concreto $ZrAl_3$.

25 En la Figura 3 (A y B), se puede contemplar la microestructura de los materiales compuestos nanoestructurados de matriz de aluminio con partículas de intermetálicos ($ZrAl_3$) para las composiciones del 0,5% Zr y del 1,5% Zr respectivamente.

Ejemplo 2

30

Obtención de la composición Al-intermetálico de Ti a partir de las materias primas siguientes

1. Polvo de aluminio atomizado del 99,5% de pureza, siendo el tamaño medio de partícula de 6 micras, con un 95% < 15 micras.
2. Isopropóxido de titanio ($C_{12}H_{28}O_4Ti$) (pureza del 97%).
3. Etanol absoluto (99,7% de pureza), utilizado como medio solvente.

40 Se utilizaron 50 gr. de polvo de aluminio que fueron puestos en suspensión en 50 gr. de etanol absoluto bajo continua agitación magnética. En otro vaso de precipitados se pesó la cantidad de 16,10 gr. de isopropóxido de titanio y se añadió una cantidad igual aproximadamente de etanol absoluto para diluir la mezcla. A continuación, esta suspensión se fue añadiendo gota a gota sobre los polvos de aluminio sin dejar de agitar. Una vez incorporado todo a la mezcla, el contenido se continuó agitando y elevando la temperatura ($<70^{\circ}C$) hasta llevarla a estado viscoso para finalmente introducirlo en una estufa de laboratorio a $60^{\circ}C$ durante 24 horas. El producto seco, se tamizó por debajo de 63 micras y unos 6 gr. fueron compactados en una matriz de grafito de 20 mm de diámetro y sinterizados en un horno especial, con aplicación de presión mecánica y calentamiento por pulsos eléctricos (Spark Plasma Sintering, SPS), de la casa alemana FCT Systeme GmbH, modelo HP D 52/1. El tratamiento térmico seguido se realizó en vacío hasta $625^{\circ}C$ y se mantuvo a dicha temperatura durante una hora. La fuerza aplicada fue de 80 MPa a la máxima temperatura.

50

En la Figura 4, se puede contemplar una representación del difractograma de rayos X obtenido de la pieza sinterizada (Al-5%Ti). El intermetálico Al/Ti que aparece es $TiAl_3$. En la Figura 5, se muestra la microestructura de la pieza sinterizada.

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la obtención de materiales compuestos nanoestructurados metal-intermetálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas **caracterizado** porque comprende las siguientes etapas:
- 10 a) El polvo metálico se pone en suspensión en etanol absoluto con una concentración de sólidos entre el 40-50% agitando todo el conjunto por medios mecánicos o magnéticos para favorecer la dispersión.
 - 15 b) El alcóxido metálico correspondiente se diluye al 50% en peso en etanol absoluto (pureza >99%) en la concentración correspondiente para obtener el material nanoestructurado.
 - 20 c) El alcóxido se va añadiendo gota a gota sobre la suspensión de metal y manteniendo siempre todo el conjunto bajo continua agitación para favorecer la homogeneización.
 - 25 d) El solvente se elimina por evaporación a una temperatura menor de 70°C y bajo agitación.
 - e) Cuando el polvo está viscoso se introduce en una estufa de laboratorio también por debajo de 70°C durante al menos 24 horas y a continuación el polvo seco se tamiza por debajo de 63 micras.
 - 30 f) En estas condiciones el polvo está listo para ser conformado por prensado isostático en frío y sinterizado en vacío o en atmósfera controlada (N₂), o ser sinterizado por prensado isostático en caliente o prensado uniaxial en caliente, o incluso sinterizado por “spark plasma sintering”.
- 35 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el polvo metálico de soporte puede ser cualquier elemento metálico de la Tabla Periódica susceptible de formar sobre su superficie una película oxidica de protección.
- 40 3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el alcóxido metálico simple, doble o múltiple (heterometálicos) a emplear puede ser el que se sintetice con los elementos metálicos de la Tabla Periódica, estando la concentración de la fase metálica para obtener el intermetálico comprendida entre 0,1 - 50% peso.
- 45 4. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque los polvos conformados se tratan según los métodos tradicionales pulvimetalúrgicos, sinterización en horno convencional en atmósfera controlada, prensado isostático en caliente (HIP), prensado uniaxial en caliente, spark plasma sintering, etc.
- 50 5. Uso de los compuestos nanoestructurados metal-intermetálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas de acuerdo con las reivindicaciones anteriores, especialmente como componentes metálicos para aplicaciones estructurales.
- 55 6. Uso de los compuestos nanoestructurados metal-intermetálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas de acuerdo con las reivindicaciones anteriores como componentes estructurales particularmente en los sectores del automóvil, industria aeronáutica, biomateriales.
- 60
- 65

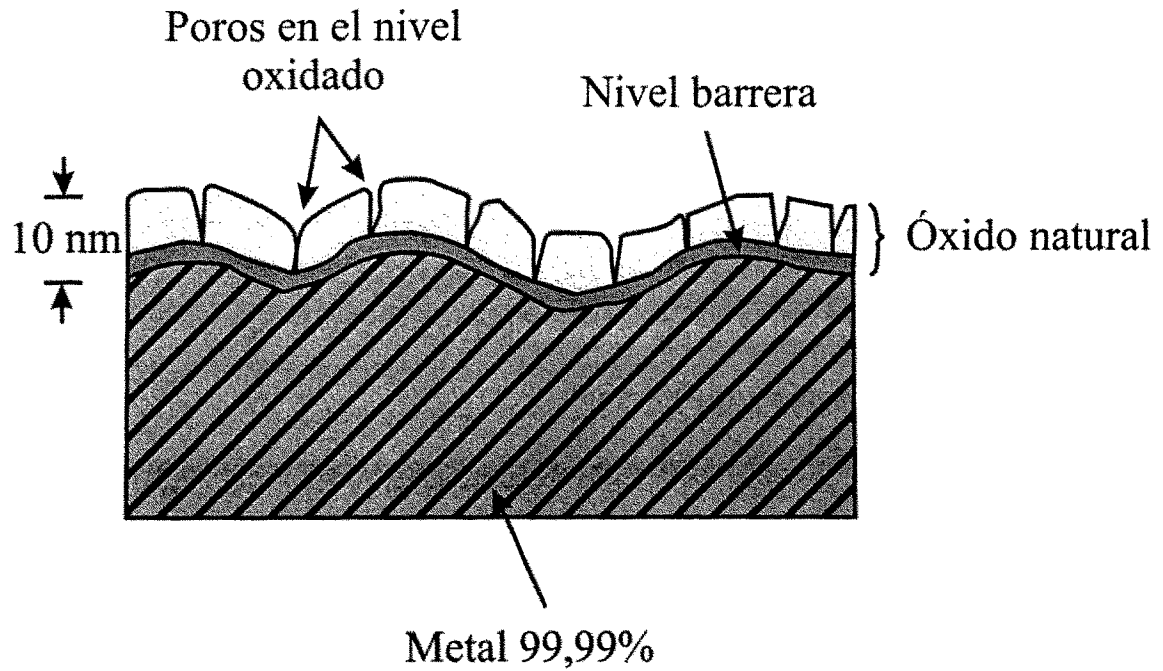


Fig.1.

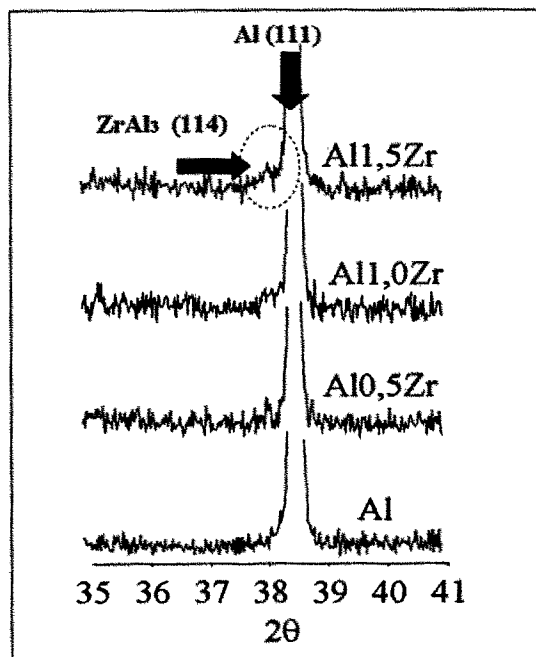


Fig.2.

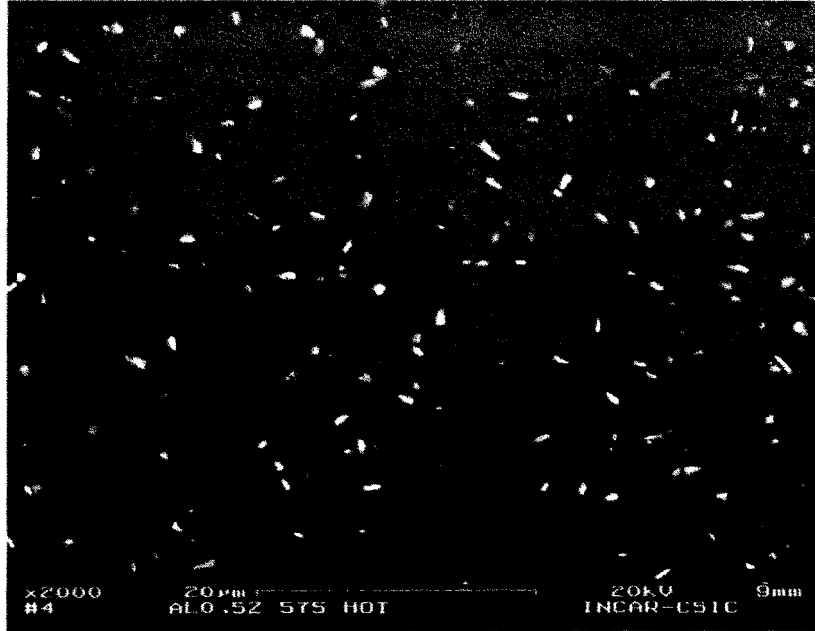


Fig. 3A.

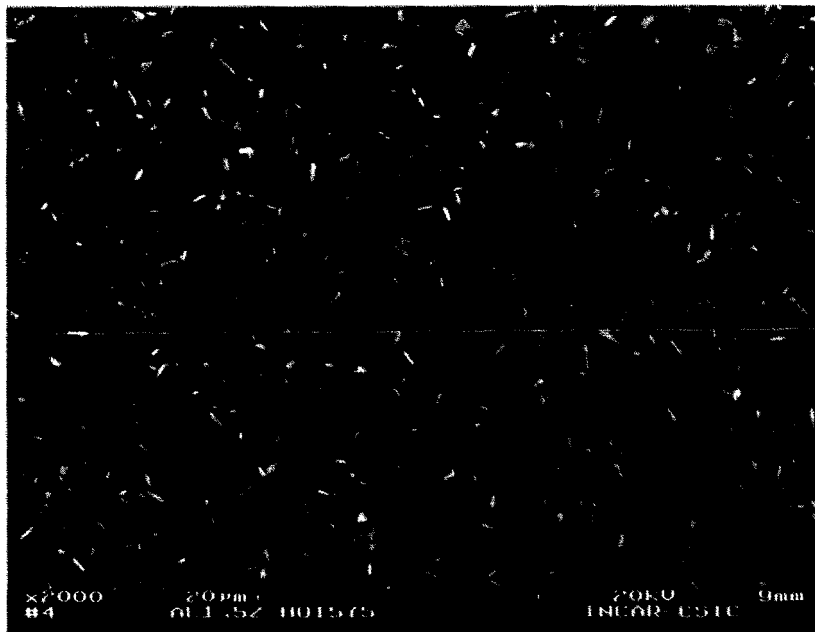


Fig. 3B.

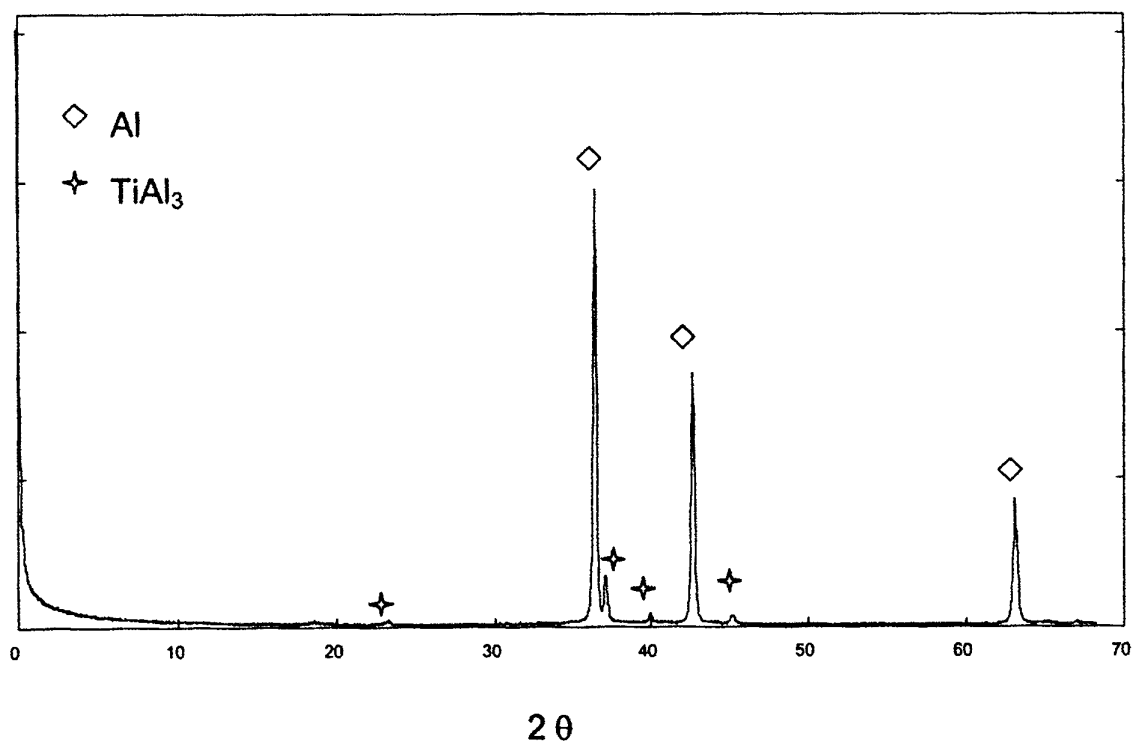


Fig.4

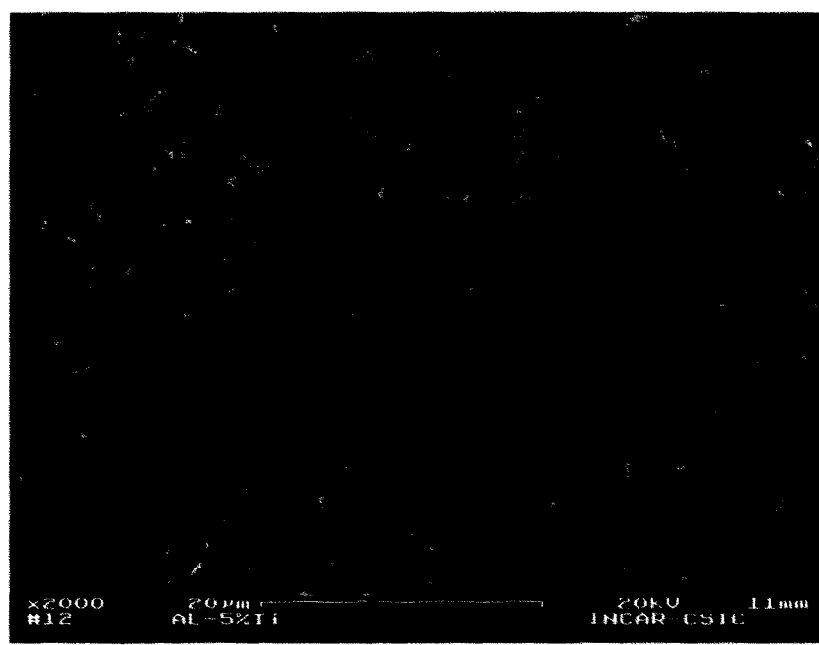


Fig.5



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 323 841

② Nº de solicitud: 200800084

③ Fecha de presentación de la solicitud: 14.01.2008

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	LOPEZ GOMEZ, M.E., Síntesis coloidal de materiales compuestos nanoestructurados con matrices de alúmina y aluminio mediante la utilización de alcóxido de zirconio, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, mayo 2006, páginas 127-185.	1-6
X	WO 9100932 A1 (FORSKNINGSCENTER RISO) 24.01.1991, página 7, línea 21 - página 15, línea 18.	1-6
A	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 microstructure evolution" y "5. Conclusions"; figura 1.	1-6 al
A	KASTEN, L.S., et al., An XPS study of cerium dopants in sol-gel coatings for aluminium 2024-T3, Surface and Coatings Technology, 2001, Vol. 140, páginas 11-15.	1-6
A	NASSAR, E.J., et al., Eu(III) incorporation in sol-gel aluminium-yttrium matrix by non-hydrolytic route, Journal of Luminescence, 2005, Vol. 111, páginas 159-166.	1-6
A	HAMDY, A.S., et al. Novel anti-corrosion nano-sized vanadia-based thin films prepared by sol-gel method aluminum alloys, Journal of Materials Processing Technology, 2007, Vol. 181, páginas 76-80.	1-6
A	RAMS, J., et al., Characterisation of multilayered sol-gel silica coatings on aluminium-SiC composites, Surface & Coatings Technology, 2006, Vol. 201, páginas 3715-3722.	1-6

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

15.06.2009

Examinador

M. García Poza

Página

1/4

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

B22F 9/16 (2006.01)

C22C 21/00 (2006.01)

B22F 3/14 (2006.01)

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

B22F, C22C

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

INVENES, EPODOC, WPI, STN

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 15.06.2009

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SÍ
	Reivindicaciones 1-6	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SÍ
	Reivindicaciones 1-6	NO

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	LOPEZ GOMEZ, Tesis doctoral	2006
D02	WO91/00932	24.01.1991

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

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de materiales compuestos nanoestructurados metal-intermetálico y al uso de dichos compuestos.

- Novedad (Art. 6.1 LP):

El documento D01 divulga un procedimiento para la obtención de materiales compuestos nanoestructurados de matriz de aluminio mediante técnicas pulvimetalúrgicas, que comprende las siguientes etapas: se suspende polvo de aluminio metálico en etanol, se añade alcóxido de zirconio diluido en propanol y se mantiene la solución bajo agitación; se seca el conjunto a 60°C y el polvo seco se tamiza por debajo de 60 micrómetros; por último el polvo se conforma y se sinteriza siguiendo dos rutas, por un lado, se realiza un prensado isostático en frío y una sinterización en caliente, o, por otro, se compacta el polvo por prensado uniaxial en caliente, primero en vacío y luego bajo atmósfera controlada. Estos materiales se puede utilizar para aplicaciones estructurales, por ejemplo en la industria del automóvil. Por lo tanto, a la vista de la información divulgada en D01 el procedimiento recogido en las reivindicaciones 1 a 4 y los usos recogidos en las reivindicaciones 5 y 6 carecen de novedad.

El documento D02 divulga un procedimiento para preparar compuestos nanoestructurados metal-intermetálico, por ejemplo, que comprende la solución de un alcóxido metálico (que puede ser de zirconio o de titanio) en agua, bajo agitación, y la adición de partículas (que pueden ser de cualquier material que contenga un metal), de modo que se forma un recubrimiento sobre las partículas. Posteriormente, dicha dispersión de partículas recubiertas se puede secar y está listo para ser conformado por cualquier técnica conocida. Por lo tanto, a la vista de la información divulgada en D02 la invención recogida en las reivindicaciones 1 a 6 carece de novedad.