



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 353 704**

② Número de solicitud: 200930551

⑤ Int. Cl.:  
**C04B 35/119** (2006.01)  
**C04B 35/48** (2006.01)  
**C04B 35/58** (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

② Fecha de presentación: **31.07.2009**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **04.03.2011**

④ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:  
**04.03.2011**

⑦ Solicitante/s: **Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)**  
**c/ Serrano, 117**  
**28006 Madrid, ES**

⑦ Inventor/es: **Pecharromán García, Carlos;**  
**Torrecillas San Millán, Ramón;**  
**Moya Corral, José Serafín;**  
**Díaz Rodríguez, Luis Antonio;**  
**Mata Osoro, Gustavo;**  
**Rodríguez Suárez, Teresa;**  
**Gutiérrez González, Carlos Fidel y**  
**López-Esteban, Sonia**

⑦ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

⑤ Título: **Método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión, y producto obtenible por dicho método.**

⑤ Resumen:

Método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión, y producto obtenible por dicho método.

Permite obtener un material compuesto cerámica/semiconductor/metal nanoestructurado y mecanizable por electroerosión (EDM). Se utilizan como materiales de partida: un material cerámico de tamaño de partícula nanométrico, un material semiconductor de tamaño de partícula nanométrico, y una sal metálica, empleada como precursor del correspondiente metal. El método comprende las etapas de: a) preparación de un material en polvo de cerámica/óxido metálico mediante calcinación de un polvo seco obtenido a partir de una suspensión homogénea del material cerámico y la sal metálica precursora de metal; b) adición al polvo resultante de la etapa anterior del material semiconductor; c) molienda, homogeneización, secado y tamizado del polvo resultante de la etapa anterior; d) tratamiento térmico en atmósfera reductora del polvo resultante de la etapa anterior, y e) conformado y sinterizado del polvo de la etapa anterior.

ES 2 353 704 A1

## DESCRIPCIÓN

Método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión, y producto obtenible por dicho método.

### Objeto de la invención

La presente invención se puede incluir dentro del campo técnico de los materiales compuestos de matriz cerámica, en concreto de los materiales de matriz cerámica nanoestructurados.

El objeto de la invención trata de un procedimiento de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica que es mecanizable por el método de electroerosión. La invención tiene asimismo por objeto el material compuesto obtenible por dicho método.

La invención tiene su aplicación en diversos campos, entre los que se encuentran electrodos, herramientas (de corte, de extrusión, de prensado, de mecanizado de ultraprecisión, etc.), frenos de alta resistencia al desgaste, componentes electrónicos, piezas de relojería, etc.

### Antecedentes de la invención

Los materiales cerámicos encuentran en la actualidad aplicaciones técnicas en múltiples sectores gracias a sus particulares propiedades físicas y químicas, tales como dureza, tenacidad, resistencia al choque térmico, bajo coeficiente de expansión térmica, alta resistencia al desgaste, alta conductividad térmica, resistencia a ácidos, etc.

Una estrategia común para obtener materiales con propiedades mecánicas superiores respecto a las matrices cerámicas monolíticas es la incorporación a las mismas de agentes reforzantes (partículas, fibras, etc.), dando lugar a materiales compuestos de matriz cerámica. Asimismo, en el caso de que las partículas posean propiedades funcionales (magnéticas, eléctricas, etc.), los correspondientes materiales compuestos pueden, además, adquirir estas nuevas propiedades funcionales, convirtiéndose en materiales multifuncionales. En concreto, la adición de partículas conductoras y/o semiconductoras (carburos, nitruros, boruros, etc.) a matrices cerámicas aislantes confiere, por un lado, alta conductividad eléctrica, lo que permite al material compuesto sustituir componentes metálicos en dispositivos electrónicos convencionales, y, por otro, puede reforzar la matriz cerámica por diferentes mecanismos (microgrietamiento, deflexión de grieta, tensiones residuales, puenteo de grieta, etc.), alcanzando valores de tenacidad muy superiores a los obtenidos para las cerámicas monolíticas [J.S. Moya, S. Lopez-Esteban, C. Pecharroman "The challenge of ceramic/metal microcomposites and nanocomposites", Progress in Materials Science, 52 (2007) 1017-1090].

Sin embargo, las propiedades mecánicas tan excepcionales de los materiales cerámicos en general, y de los materiales de matriz cerámica nanoestructurados en particular, pueden llegar a presentar serios inconvenientes que pueden incrementar notablemente sus costes de producción. Tal es el caso de los materiales con alta dureza, para los que la dificultad de mecanizado por los métodos tradicionales aumenta considerablemente y, por consiguiente, también se incrementa el coste del proceso y del producto final. Asimismo, el acabado con formas intrincadas en estos materiales requiere tolerancias que son, a menudo, difíciles de alcanzar con técnicas de mecanizado tradicionales.

Esta situación ha favorecido el desarrollo de métodos más sofisticados para el mecanizado de piezas con formas complejas que eviten el contacto mecánico herramienta/pieza, como es el caso del mecanizado por electroerosión o descarga eléctrica (*Electrical Discharge Machining*, EDM) [W. König, D.F. Dauw, G. Levy, U. Panten. "EDM-future steps towards the machining of ceramics". Ann. CIRP 1988; 37:623]. Esta técnica supera con éxito la mayoría de las dificultades que plantean estos materiales, evitando los altos costes de las técnicas tradicionales.

El proceso de electroerosión consiste, básicamente, en el establecimiento de un arco de descarga entre el hilo conductor, que propicia el mecanizado propiamente dicho, y la pieza a mecanizar, por encima del voltaje de ruptura del dieléctrico en el que se sumerge la pieza (aceite o agua). Una vez iniciada la descarga, se forma un plasma en el frente de mecanizado que, al enfriarse, se deposita sobre la superficie fresca producida por el corte, formando un magma vítreo constituido por los óxidos correspondientes. En el caso particular de un material compuesto cerámica/semiconductor, el depósito formado está constituido por una fase vítrea oxidica caracterizada por poseer un voltaje de ruptura superior al inicial. Sin embargo, en el caso de los materiales compuestos cerámica/semiconductor/metal, el papel de las nanopartículas de metal consiste en inducir una bajada del voltaje de ruptura en la capa recién depositada durante la descarga, permitiendo que se desarrolle el proceso de electroerosión de forma continua. No se han encontrado referencias en la literatura de polvos nanoestructurados cerámico/metal con adición de nanopartículas electroconductoras semiconductoras.

La técnica EDM se puede aplicar con éxito a materiales cerámicos tanto oxidicos como no oxidicos, siempre que estos satisfagan una serie de requisitos, entre los cuales se encuentra, principalmente, que la resistividad eléctrica sea menor de 100-300  $\Omega$ -cm. Puede darse el caso de un material compuesto cerámica/semiconductor que no sea electromeconizable a pesar de cumplir con el mencionado requisito de baja resistividad. Esto es especialmente relevante en materiales compuestos de matriz cerámica con partículas semiconductoras que presentan baja resistencia eléctrica y muy altos valores de dureza. El problema técnico que se plantea consiste en conferir al material nanoestructurado

cerámico/semiconductor que no es electromecanizable la propiedad de serlo sin perjuicio de sus elevadas propiedades mecánicas.

### Descripción de la invención

5

La presente invención resuelve el problema técnico planteado mediante un procedimiento de obtención de un material nanoestructurado de matriz cerámica, de composición cerámica/semiconductor/metal, por sinterización, que es mecanizable por electroerosión.

10 Tal como se acaba de adelantar, un objeto de la invención lo constituye un procedimiento de elaboración de un material cerámico nanoestructurado cerámica/semiconductor/metal, que resulte ser mecanizable por electroerosión.

Un segundo objeto de la invención es el propio material compuesto obtenible por medio del procedimiento anterior.

15 A continuación, se describe el procedimiento de la invención:

Los materiales de partida son:

20

- un material cerámico en polvo de tamaño de partícula nanométrico, denominado matriz cerámica;
- un material semiconductor de tamaño de partícula nanométrico, y
- una sal metálica, empleada como precursor del metal correspondiente.

25

Es teóricamente razonable asumir que los resultados de la invención son generalmente extrapolares con independencia de la matriz cerámica empleada. Sin embargo, como ejemplos preferentes de materiales cerámicos se seleccionan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina),  $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$  (mullita),  $\text{ZrO}_2$  (circona),  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (espinela de alúmina y magnesia) y YAG (granate de aluminio e itrio). Esta selección preferente se justifica porque incluye diversos tipos distintos de cerámicas técnicas de altas prestaciones, de amplia difusión y variadas aplicaciones, y que presentan valores muy altos de dureza, por lo que son especialmente interesantes para los propósitos de la invención.

30

Asimismo, la invención resulta aplicable independientemente del material semiconductor empleado. No obstante, resultan preferentes los semiconductores tales como carburos, nitruros y boruros metálicos, puesto que confieren valores elevados de propiedades mecánicas (dureza, fundamentalmente). Como ejemplos particulares de semiconductores se seleccionan SiC, TiC, TiN,  $\text{TiB}_2$ .

35

En cuanto a los metales, idénticas consideraciones son razonables. La invención es aplicable independientemente del metal empleado. Sin embargo, se seleccionan preferentemente metales con punto de fusión superior a  $1400^\circ\text{C}$ , como son W, Ni, Mo, Co.

40

Aplicando conocimientos teóricos relativos al concepto de percolación, se puede considerar como valor máximo de proporción de metal un 16% en volumen, puesto que es el valor en el que el material compuesto adquiriría un carácter conductor. Sin embargo, por consideraciones prácticas se toma como valor máximo de proporción de metal el 10%, puesto que ciertas propiedades mecánicas -tales como la dureza- se ven afectadas de manera negativa por proporciones de metal superiores. La proporción mínima de metal empleado ha sido del 1.9% en volumen, si bien no existen razones para suponer que la invención no pueda arrojar resultados positivos para cualquier valor no nulo de presencia de metal. Por tanto, se pueden considerar válidas concentraciones de metal superiores al 0%, no siendo necesario que sean superiores al 16% en volumen. No obstante, aunque se presupone que la invención presenta efecto positivo para proporciones arbitrariamente pequeñas de metal, se precisa elegir un valor mínimo preferido de dichas proporciones a partir del 1% en volumen, puesto que para valores inferiores los conocimientos teóricos permiten suponer razonadamente que las propiedades mecánicas interesantes se verían negativamente afectadas.

50

La primera etapa del procedimiento de la invención trata de la preparación de un material en polvo cerámica/óxido metálico. En primer lugar, la sal metálica se disuelve en medio líquido hasta alcanzar la homogeneización. Seguidamente, se añade el polvo cerámico, obteniéndose una suspensión de material cerámico y sal precursora de metal, manteniéndose en agitación hasta la homogeneización total. A continuación, la suspensión homogénea se seca, procediéndose después a su calcinación, con lo que se obtiene un material en polvo de cerámica/óxido metálico.

55

Mediante la segunda y última etapa del procedimiento de la invención, se transforma el material de cerámica/óxido metálico en un material de cerámica/semiconductor/metal. Para ello, en primer lugar se añade el material semiconductor de tamaño de partícula nanométrico a la mezcla de polvo cerámica/óxido metálico y se muele y homogeneiza. A continuación, se deja secar y se tamiza, tras lo cual se somete el producto resultante a un tratamiento térmico en atmósfera reductora, obteniendo el compuesto final en polvo cerámica/semiconductor/metal. El metal y el semiconductor se encuentran en una proporción tal que se supera el punto de percolación del compuesto final.

60

Preferentemente, la reducción se produce a una temperatura comprendida entre  $300^\circ\text{C}$  y  $1000^\circ\text{C}$  y durante un período comprendido entre 30 minutos y 2 horas.

65

## ES 2 353 704 A1

El conformado y sinterizado se puede realizar por cualquiera de los métodos habituales en la industria cerámica avanzada, tales como sinterización sin presión, prensado isostático en caliente, prensado en caliente, *spark plasma sintering* (SPS), etc.

### 5 Descripción de los dibujos

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción un juego de dibujos en donde, con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- Representa una micrografía obtenida por microscopía electrónica de barrido de superficie pulida de muestra 3Y-TZP/nTiC/nNi y difractograma de rayos x.

Figura 2.- Muestras de 3Y-TZP/nTiC/nNi sinterizadas por HP y mecanizadas por EDM en forma de prismas de sección rectangular (5 mm x 3 mm) y superficie de corte por EDM de dicho material.

Figura 3.- Representa una micrografía obtenida por microscopía óptica de superficie pulida de muestra Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/nTiC/nNi y difractograma de rayos x.

Figura 4.- Representa una muestra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/nTiC/nNi sinterizada por SPS y mecanizada por EDM (25 mm x 25 mm x 8 mm).

### Realizaciones preferentes de la invención

Primera realización

*Material compuesto nanoestructurado circonita/carburo de titanio/níquel*

Las materias primas de partida han sido: Como material cerámico, circonita tetragonal policristalina (3Y-TZP, 3% mol. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; TZ-3YE, Tosoh Corp., Japón), con tamaño de partícula medio  $d_{50} = 260 \pm 50$  nm; como sal precursora de metal, nitrato de níquel (II) hexahidratado (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, Merck, Alemania, 99.0% pureza), en adelante nNi; y como semiconductor, carburo de titanio nanométrico (Hubei Minmetals, China) con tamaño de partícula medio por debajo de 50 nm, en adelante, nTiC.

Se han preparado dos tipos de compuestos:

- (a) cerámica/semiconductor/metal, según unas proporciones de 72% vol. 3Y-TZP, 20% vol. nTiC y 8% vol. nNi,

- (b) cerámica/semiconductor, según las proporciones de 72% vol. 3Y-TZP y 28% vol. nTiC.

Ambos compuestos se han conformado y sinterizado por prensado en caliente (*Hot Press*, HP, a 1400°C, 10°C/min, 25 MPa, durante 1 hora). Se obtuvieron discos de 50 mm de diámetro, con densidad 98% de la teórica, constituidos por una matriz continua de circonita, una fase de nanopartículas de carburo de titanio y, en el caso de a), una fase dispersa de nanopartículas de níquel. La distribución de fases es homogénea con pequeños aglomerados de las segundas fases, no habiéndose producido reacciones químicas entre los componentes, tal como se aprecia en la figura 1.

Las propiedades mecánicas de los compuestos circonita/nTiC/nNi han mejorado o, al menos, se mantienen respecto a la circonita monolítica sinterizada bajo las mismas condiciones. Se mantienen los valores de dureza Vickers (11.5±0.2 GPa) respecto a la circonita monolítica (11.0±0.2 GPa). Se mejoran los valores de resistencia a la flexión (804±32 MPa para el nuevo material y 752±16 MPa para la circonita monolítica). La tenacidad aumenta notablemente respecto a la circonita (6.0±0.2 MPa·m<sup>1/2</sup> y 4.9±0.2 MPa·m<sup>1/2</sup>, respectivamente).

El compuesto sin metal (circonita/nTiC) presenta una resistividad de  $14.0 \cdot 10^{-4} \pm 1.0 \cdot 10^{-4}$  Ω·cm, muy por debajo del límite máximo de 100-300 Ω·cm requerido para poder aplicar la técnica EDM, sin embargo, no fue posible realizar el mecanizado. El material compuesto con metal (circonita/nTiC/nNi) presenta una resistividad eléctrica de  $7.2 \cdot 10^{-4} \pm 1.0 \cdot 10^{-4}$  Ω·cm, también por debajo del máximo requerido, y sí pudo ser mecanizado por electroerosión. La adición, por tanto, de una pequeña cantidad de metal disminuye la resistividad del material alrededor de un 50% y permite que sea mecanizado por EDM. En la Figura 2 se muestra el material de 3Y-TZP/nTiC/nNi sinterizado por HP y posteriormente mecanizado por EDM en forma de prismas de sección rectangular (5x3 mm).

## ES 2 353 704 A1

Segunda realización

*Material compuesto nanoestructurado alúmina/carburo de titanio/níquel*

5 Las materias primas de partida han sido: Como material cerámico, alúmina ( $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , *Taimai TM-DAR*, con tamaño de partícula medio  $d_{50} = 150 \pm 50$  nm; como sal precursora de metal, nitrato de níquel (II) hexahidratado ( $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , *Merck*, Alemania, 99.0% pureza), en adelante nNi; y, como semiconductor, carburo de titanio nanométrico (*Hubei Minmetals*, China) con tamaño de partícula medio por debajo de 50 nm, en adelante, nTiC.

10 Se prepararon dos tipos de compuestos:

- (a) cerámica/semiconductor/metal según las proporciones 73.1% vol.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 25% vol. nTiC y 1.9% vol. nNi; y

- (b) cerámica/semiconductor, según las proporciones 75% vol.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 25% vol. nTiC.

15

El material se ha sinterizado por *Spark Plasma Sintering* (SPS), a 1375°C, 100 MPa durante 3 minutos en forma de discos de 40 mm de diámetro. De esta forma, se obtuvieron materiales densos (densidad 99.5% teórica) constituidos por una matriz continua de alúmina, una fase dispersa de nanopartículas de carburo de titanio y, en el caso a), otra de nanopartículas de níquel. A excepción de pequeños aglomerados de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{nNi}$ , se trata de un compacto denso y homogéneo, no habiéndose producido reacciones químicas entre los componentes, tal como se observa en la figura 3.

20

Las propiedades mecánicas se han mejorado respecto a la alúmina monolítica sinterizada bajo las mismas condiciones. Se mejoran los valores de dureza Vickers ( $25.6 \pm 0.7$  GPa) respecto a la alúmina monolítica ( $19.9 \pm 0.9$  GPa). Se mejoran los valores de resistencia a la flexión ( $537 \pm 88$  MPa para el nuevo material nanocompuesto y  $395 \pm 36$  MPa para la alúmina monolítica). Los valores de tenacidad obtenidos son muy similares para el material compuesto y la alúmina, siendo  $3.7 \pm 0.1$  MPa·m<sup>1/2</sup> y  $3.5 \pm 0.1$  MPa·m<sup>1/2</sup>, respectivamente.

25

El valor de la resistividad eléctrica obtenido a temperatura ambiente para los materiales  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{nTiC}/\text{nNi}$ , ha sido de  $31.5 \cdot 10^{-4} \pm 1.0 \cdot 10^{-4}$   $\Omega$ -cm, y para  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{nTiC}$  ha sido de  $462.6 \cdot 10^{-4} \pm 36.0 \cdot 10^{-4}$   $\Omega$ -cm, suficiente para ser mecanizados por EDM. Se mecanizaron prismas de sección cuadrada de 25x25x8 mm, tal como se aprecia en la figura 4.

30

35

40

45

50

55

60

65

# ES 2 353 704 A1

## REIVINDICACIONES

5 1. Método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión, **caracterizado** porque comprende las etapas de:

- preparación de un material en polvo de cerámica/óxido metálico, mediante calcinación de una suspensión homogénea seca de un polvo cerámico de tamaño de partícula nanométrico y una sal metálica precursora de metal;
  - 10 - adición al producto de la etapa anterior de un material semiconductor de tamaño de partícula nanométrico;
  - molido y homogeneización del producto resultante de la etapa anterior;
  - secado y tamizado del producto resultante de la etapa anterior;
  - 15 - tratamiento térmico en atmósfera reductora del producto resultante de la etapa anterior, obteniéndose un material en polvo cerámica/semiconductor/metal
- y
- 20 - conformado y sinterizado del producto de la etapa anterior.

25 2. Método de obtención de un material compuesto, nanoestructurado, de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el tratamiento térmico de reducción se produce a una temperatura comprendida entre 300°C y 1000°C.

3. Método de obtención de un material compuesto, nanoestructurado, de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque la matriz cerámica se selecciona entre:

- 30 -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina),
- $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$  (mullita),
- 35 -  $\text{ZrO}_2$  (circona),
- $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (espinela de alúmina y magnesita),
- YAG (granate de aluminio e itrio).

40 4. Método de obtención de un material compuesto, nanoestructurado, de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el semiconductor se selecciona entre carburos, nitruros y boruros.

45 5. Método de obtención de un material compuesto, nanoestructurado, de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado** porque el semiconductor se selecciona entre SiC, TiC, TiN, y  $\text{TiB}_2$ .

50 6. Método de obtención de un material compuesto, nanoestructurado, de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el metal posee un punto de fusión superior a 1400°C.

55 7. Método de obtención de un material compuesto, nanoestructurado, de matriz 5 cerámica y mecanizable por electroerosión de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado** porque el metal es W, Ni, Mo o Co.

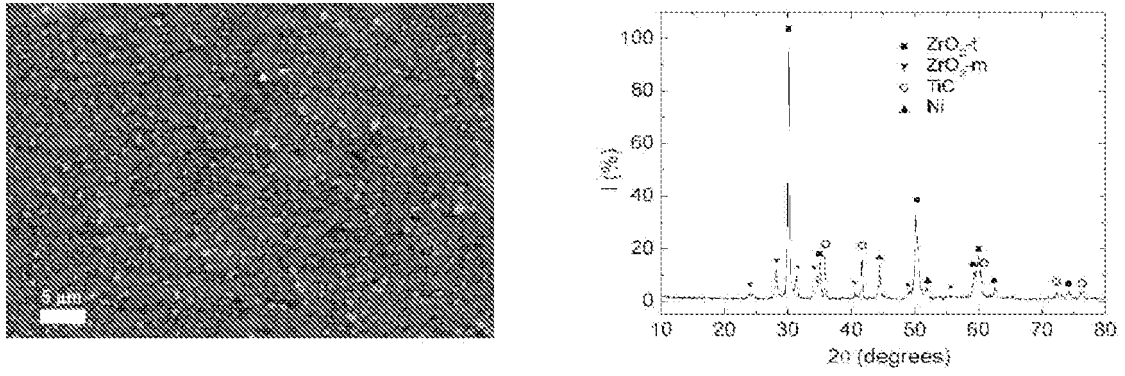
8. Producto directamente obtenible por medio del método descrito en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

60 9. Producto de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado** porque el metal y el semiconductor se encuentran en una proporción tal que se supera el punto de percolación del compuesto final.

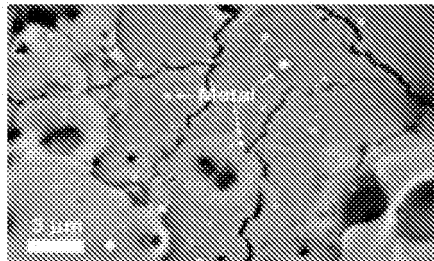
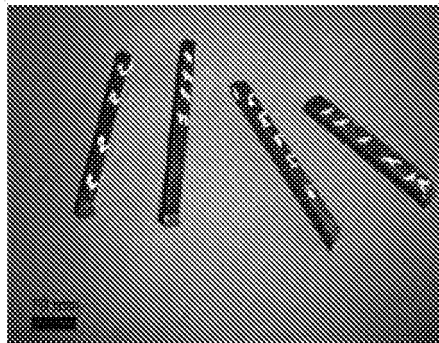
10. Producto de acuerdo con la reivindicación 9, **caracterizado** porque la proporción de metal es inferior al 16% en volumen.

65 11. Producto de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado** porque la proporción de metal es inferior al 10%

12. Producto de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado** porque la proporción de metal está comprendida entre el 1% y el 16% en volumen.



**FIG. 1**



**FIG. 2**

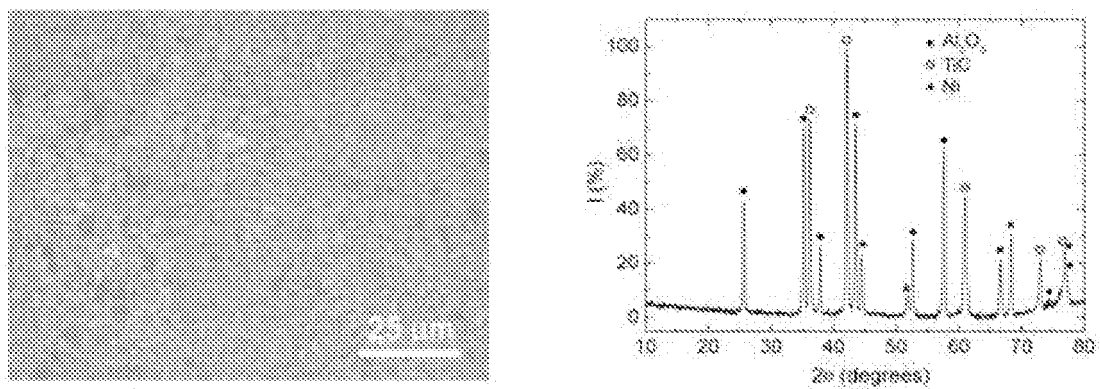


FIG. 3.

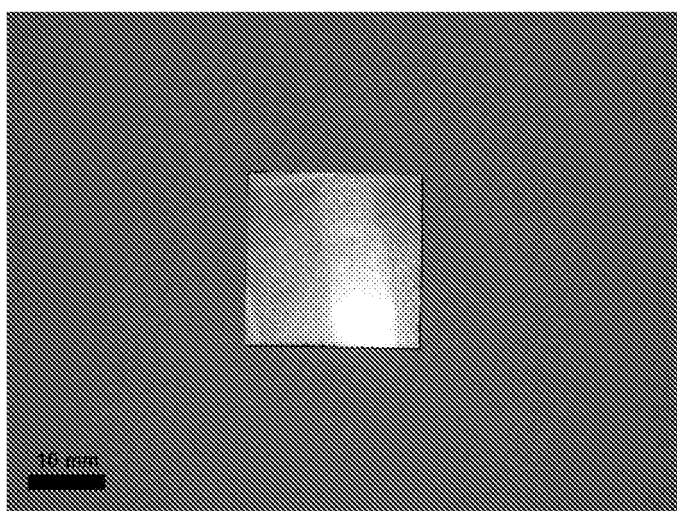


FIG. 4



OFICINA ESPAÑOLA  
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 200930551

②② Fecha de presentación de la solicitud: 31.07.2009

③② Fecha de prioridad: 00-00-0000  
00-00-0000  
00-00-0000

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	TAICHIU LEE; JIANXIN DENG. "Mechanical surface treatments of electro-discharge machined (EDMed) ceramic composite for improved strength and reliability" Journal of the European Ceramic Society. 2002. Vol. 22 páginas 545-550; apartado 2.1, Tabla 1.	8-12
X	DENG, J. et al. "Wear of ceramic nozzles by dry sand blasting" Tribology International. 03.03.2005 [online] Vol. 39 páginas 274-280; apartado 2.1, Tabla 1.	8-12
A	BONNY, K. et al. "Influence of secondary electro-conductive phases on the electrical discharge machinability and frictional behavior of ZrO <sub>2</sub> -based ceramic composites" JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY. 21.01.2008. vol. 208, páginas 423-430; apartado 2.1.	1-12

**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  
13.09.2010

Examinador  
V. Balmaseda Valencia

Página  
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

**C04B 35/119** (2006.01)

**C04B 35/48** (2006.01)

**C04B 35/58** (2006.01)

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

C04B

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,NPL,XPESP,HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 13.09.2010

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-7	<b>SÍ</b>
	Reivindicaciones 8-12	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-7	<b>SÍ</b>
	Reivindicaciones 8-12	<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	Journal of the European Ceramic Society. Vol.22 páginas 545-550	2002
D02	Tribology International. Vol.39 páginas 274-280.	03.03.2005

**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 presente invención es un método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión. Así como el material resultante de dicho método.

En el documento D01 se describe un método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica y mecanizable por electroerosión (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiC/Mo/Ni) que comprende la mezcla de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (tamaño medio de partícula 500 nm), un 55% de TiC (tamaño medio de partícula 800nm) y un 5% en volumen de Ni y Mo. Se realiza el molido y secado de la mezcla resultante y finalmente se conforma y se sinteriza por prensado en caliente en atmósfera de argón a 35MPa y temperaturas comprendidas entre 1600-1800°C. El material resultante presenta una dureza de 20.5 GPa, una resistividad comprendida entre 2-6 ohm por cm y una tenacidad de 5.04 MPa m<sup>1/2</sup> (apartado 2.1, Tabla 1).

En el documento D02 se describe un composite cerámico constituido por Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiC/Mo/Ni que se obtiene a partir de la mezcla de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con un 55% de TiC, 0.5% de Mo y 4.5% de Ni (siendo el tamaño de partícula inferior a 1 micrómetro), su molido secado y conformado y sinterizado por prensado a 1700° C, 36MPa durante 1 hora. El material resultante presenta una dureza de 20.5 GPa, una resistividad comprendida entre 2-6 ohm por cm, un valor de resistencia a la flexión de 950MPa y una tenacidad de 5.2 MPa m<sup>1/2</sup> (apartado 2.1, Tabla 1).

Las reivindicaciones 8-12 se refieren a un producto definido en términos de su procedimiento de preparación. Se recuerda al solicitante que dichas reivindicaciones únicamente serían admisibles si el producto, como tal, cumple los requisitos de patentabilidad, esto es, es nuevo y tiene actividad inventiva. Sin embargo, tales requisitos no se cumplen en este caso ya que dicho producto ha sido divulgado idénticamente en los documentos D01-D02.

En consecuencia, se considera que el objeto de dichas reivindicaciones carece de novedad a la vista del estado de la técnica (artículos 6.1 y 8.1 de la L.P.)

La diferencia entre el objeto de las reivindicaciones 1-7 radica en que ninguno de los documentos D01-D02 describe un método de obtención de un material compuesto nanoestructurado de matriz cerámica, de composición cerámica/semiconductor/metal que comprenda la preparación de una mezcla polvo de cerámica/óxido metálico (mediante calcinación de una suspensión polvo/metálico y una sal precursora del metal óxido metálico) y que, posteriormente, la conversión del óxido al metal se realice en una etapa previa al conformado y sinterizado mediante un tratamiento térmico en atmósfera reductora del polvo cerámica/semiconductor/óxido metálico. Además, no sería obvio para un experto en la materia dicho método de obtención a partir de los documentos citados.

En consecuencia se considera que el objeto de las reivindicaciones 1-7 es nuevo e implica actividad inventiva conforme a los Artículos 6.1 y 8.1 de la L.P.