

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 391 011**

21 Número de solicitud: 201130373

51 Int. Cl.:

C04B 35/30 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

C01G 49/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

17.03.2011

43 Fecha de publicación de la solicitud:

20.11.2012

Fecha de la concesión:

19.09.2013

45 Fecha de publicación de la concesión:

01.10.2013

73 Titular/es:

**UNIVERSITAT JAUME I DE CASTELLÓN (75.0%)
VICENT SOS BAYNAT, S/N
12006 CASTELLÓN (Castellón) ES y
ASOCIACIÓN DE INVESTIGACIÓN DE LAS
INDUSTRIAS CERÁMICAS A.I.C.E. (25.0%)**

72 Inventor/es:

**BARBA JUAN, Antonio;
CLAUSELL TEROL, Carolina;
JARQUE FONFRIA, Juan Carlos y
MONZO FUSTER, Maria**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE PIEZAS CERÁMICAS A PARTIR DE POLVOS
NANOMÉTRICOS Y PIEZAS OBTENIDAS.**

57 Resumen:

Procedimiento de obtención de piezas cerámicas a partir de polvos nanométricos y piezas obtenidas. La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de piezas cerámicas que comprende:

- conformado por prensado unidireccional en seco de un material cerámico nanométrico y
- posterior sinterización mediante radiación infrarroja, de microondas o de alta frecuencia, llevada a cabo en dos etapas, que son una pre-sinterización y la fase de sinterización,

así como a las piezas cerámicas obtenidas y a su uso en cerámicas electromagnéticas, eléctricas, resistentes al choque térmico, a la abrasión y al desgaste.

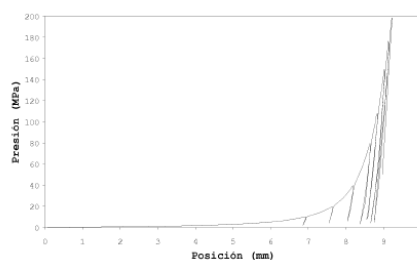


Figura 1

ES 2 391 011 B1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de obtención de piezas cerámicas a partir de polvos nanométricos y piezas obtenidas

Objeto de la invención

- 5 La invención se refiere a un proceso de fabricación, por prensado unidireccional en seco y posterior sinterización, preferentemente, mediante radiación infrarroja, para la obtención de piezas cerámicas a partir de partículas nanométricas, de elevada densidad en cocido y libres de defectos, así como las piezas obtenidas con este proceso.

La invención se encuadra en el sector industrial de piezas cerámicas, técnicas para su fabricación y utilización en diferentes aplicaciones según las propiedades del producto final.

10 Estado de la técnica

En la literatura científica se recogen una gran cantidad de estudios de cómo es posible mejorar las propiedades mecánicas y/o físicas de los materiales cerámicos por reducción del tamaño medio de partícula, pasando de la escala micrométrica a la nanométrica.

- 15 Durante las últimas décadas los investigadores han centrado sus esfuerzos en el estudio de los diferentes procesos que existen para la obtención de partículas nanométricas, los cuales pueden dividirse en dos grandes grupos: los procesos de desintegración (*top-down* o *breaking-down*), en los que se parte de grandes partículas que son sometidas a procesos de molienda hasta alcanzar el tamaño de partícula deseado, y los procesos de agrupación (*bottom-up* o *building-up*), que engloba a aquellas técnicas que, partiendo de unidades elementales, permiten la creación de nanocompuestos.

- 20 De entre las primeras (los procesos de desintegración) cabe destacar la molienda de alta energía y la mecano-síntesis. Los segundos (procesos de agrupación) se pueden a su vez dividir en dos grupos: los métodos químicos, como son el método sol-gel y la deposición química en fase vapor (CVD), y los métodos físicos, como es la deposición física en fase vapor (PVD), descarga con arco eléctrico y ablación láser.

- 25 En este sentido existen en la actualidad diversos documentos sobre la obtención de ferritas nanométricas de Ni-Zn, como son US2009184282-A1 que describe la síntesis de nanopartículas monodispersas de ferritas de zinc-níquel utilizando micelas inversas, y US7547400-B1 que describe la síntesis de nanopartículas monodispersas de ferritas de zinc-níquel para aplicaciones electromagnéticas como son inductores o amortiguadores de ondas electromagnéticas.

- 30 Asimismo, también existen diversas publicaciones sobre la obtención de otro tipo de ferritas nanométricas, entre las que cabe destacar la CN101525156-A que describe la preparación de una nanoferrita de cinc mediante la mezcla íntima de sal de hierro, sal de zinc y una solución de ciclodextrina a temperatura y presión normal, posterior agitación magnética a temperatura ambiente, filtrado, secado y cocción. También pueden citarse dos métodos de preparación de ferritas nanométricas: el primero de ellos (CN1800089-A; CN1328211-C) describe un método de preparación de polvos de ferrita nanométricos el cual utiliza como materias primas nitratos metálicos, cloruros y ácido oxálico, y el segundo (DE19964168-A1; DE19964168-B4) implica el secado por atomización de pequeñas gotas de una suspensión acuosa de hidróxido de hierro, con otros elementos, y calcinación rápida.

- 35 Para la obtención de una pieza final de elevada densidad, como es el caso de la mayoría de los materiales cerámicos técnicos, se requiere la utilización de un material pulverulento con una distribución de tamaños de partícula fina y estrecha, que permita la sinterización de la pieza con un crecimiento de grano controlado (sin producir un crecimiento exagerado de los granos), permitiendo la obtención de una pieza final con una distribución de tamaños de grano, relativamente fina (por debajo de un valor crítico), y estrecha.

- 40 Para el procesado del material pulverulento por prensado unidireccional en seco, es necesario la adición de una serie de aditivos (plastificante, ligante, lubricante, etc.) los cuales permiten el conformado de la pieza en crudo, libre de cualquier defecto, ya sea macroscópico o microscópico. La eliminación de estos aditivos de naturaleza orgánica, introducidos durante la etapa de conformado, se realiza durante la etapa de precalentamiento, la cual transcurre generalmente a una temperatura comprendida entre los 250 y 500°C.

- 45 Al reducir el tamaño de partícula de las materias primas de una escala micrométrica a otra nanométrica, aumenta considerablemente la superficie específica de las mismas, con lo que el porcentaje de los aditivos de naturaleza orgánica necesarios para el conformado de la pieza por prensado unidireccional en seco, también aumentará drásticamente.

Sin embargo, la reducción de tamaño de partícula también tiene asociado una reducción del tamaño medio de poro de la pieza compactada y un estrechamiento de la distribución de tamaños de poro, generándose una red de nanoporos interconectados mucho más fina y, produciéndose, un mayor porcentaje de porosidad cerrada o de difícil acceso.

- 5 Durante la etapa de precalentamiento, tal y como ya se ha comentado anteriormente, los aditivos de naturaleza orgánica introducidos durante la etapa de conformado se queman, desprendiéndose los gases propios de la combustión. Estos gases deben ser eliminados a través de la red de poros generada en la pieza cruda hasta alcanzar el exterior de la pieza, por lo que si la combustión se produce de forma brusca (velocidades de calentamiento elevadas) y/o la red de poros es demasiado fina y/o se encuentra cerrada, se puede producir el agrietamiento de la pieza conformada durante la etapa de precalentamiento, e incluso, en casos extremos, su explosión.
- 10 En el caso del procesado de partículas nanométricas se produce una situación de doble desventaja con respecto al procesado de partículas micrométricas: por un lado el porcentaje de aditivos orgánicos utilizados durante el procesado de la pieza en crudo es mucho más elevado, y por otro, la red de poros generados en el interior de la pieza conformada es mucho más fina. La confluencia de estos dos factores hace imposible la obtención de piezas sinterizadas exentas de defectos utilizando procesos similares a los empleados en el procesado de partículas micrométricas, incluso utilizando
- 15 velocidades de calentamiento muy pequeñas, del orden de los 0.2°C/min.

Actualmente existen muy pocos estudios sobre el procesado en crudo y la sinterización de piezas obtenidas con partículas cerámicas de tamaño nanométrico, pudiéndose destacar únicamente WO 2011/012765 A2, en la que se describe el método de obtención de un material compuesto nanoestructurado (cerámica-semiconductor-metal) para su mecanización por electroerosión. Sin embargo, en esta solicitud, la cual se aplica a materiales compuestos, no se describe ningún método específico de conformado ni sinterización de la pieza.

20

Descripción de la invención

El proceso de obtención que se propone con la presente invención se basa en el denominado "método tradicional cerámico".

- 25 Así, la presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de piezas cerámicas caracterizado porque comprende:
- compactación por prensado unidireccional en seco de un material cerámico nanoestructurado y
 - posterior sinterización.

Dicho material cerámico nanométrico o nanoestructurado es un polvo con partículas de tamaño nanométrico, por lo que en esta memoria se le llama también indistintamente "polvo nanométrico".

- 30 La sinterización se realiza de modo preferente mediante radiación infrarroja, pero también podría realizarse la sinterización por radiación de microondas o incluso de alta frecuencia.

Según realizaciones particulares del procedimiento la sinterización se lleva a cabo en dos etapas: la pre-sinterización y la etapa de sinterización, propiamente dicha, que a su vez comprende tres fases: inicial, intermedia y final.

- 35 Este proceso presenta como principales ventajas la obtención de piezas sinterizadas a partir de partículas nanométricas, libres de defectos, y con una elevada densidad aparente de las piezas sinterizadas.

El material cerámico nanométrico puede comprender óxidos metálicos, nitruros, carburos, boruros, ferritas o cualquier combinación posible de los anteriormente citados.

El conformado, en particular el conformado por prensado, o compactado, del polvo nanométrico de la cerámica se realiza por prensado unidireccional en seco, sin añadir ningún tipo de aditivo orgánico a la composición.

- 40 Con el polvo nanométrico se llena un molde de prensa metálico de geometría adecuada a la aplicación a la que va a ser destinada el producto final. Dicho molde se sitúa en el interior de una cámara, o camisa, metálica a la cual se le realiza el vacío, manteniéndolo durante todo el proceso de compactación de la pieza.

- El proceso de compactación comprende la repetición de varios ciclos consecutivos en los que se aumenta la presión de prensado progresivamente hasta un valor determinado de presión, valor que se mantiene constante durante un intervalo de tiempo comprendido entre los 0.1 y los 600 segundos, preferentemente entre 0.5 y 300 s, más preferentemente entre 1 y 100, y más preferentemente aún entre 5 y 60 s, con el fin de facilitar la salida del aire atrapado entre las partículas de material. El número de ciclos utilizados varía entre 2 y 30, preferentemente entre 3 y 25, más preferentemente entre 4 y 20, y más preferentemente aún entre 5 y 10, y los valores de la presión de prensado alcanzados en cada uno de ellos varía entre 10 y 500 MPa, preferentemente entre 20 y 450, más preferentemente entre 30 y 400, y más preferentemente aún entre 50 y 350
- Tras finalizar la etapa de compactación, se introduce el molde de prensado (el cual contiene la pieza conformada a partir del polvo nanométrico del material cerámico) en el interior de un horno eléctrico con el fin de llevar a cabo la pre-sinterización de la pieza compactada, preferentemente mediante radiación de infrarrojos.
- El ciclo térmico utilizado para la pre-sinterización comprende un calentamiento a una velocidad comprendida entre 0.1 y 25°C/min, preferentemente entre 0,2 y 20°C/min, más preferentemente entre 0,3 y 10°C/min, y más preferentemente aún entre 0,5 y 5°C/min, hasta una temperatura máxima comprendida entre 100 y 700°C, preferentemente entre 120 y 650°C, más preferentemente 140 y 600°C, y más preferentemente aún entre 170 y 550°C, y una permanencia, a esta temperatura máxima, de entre 0,1 y 10 horas, preferentemente entre 0,3 y 8 horas, más preferentemente entre 0,6 y 6 horas, y más preferentemente aún entre 1 y 4 horas. Durante la etapa de pre-calentamiento se produce la adhesión física de las partículas del material cerámico nanométrico, permitiendo el posterior desmoldado de la pieza del interior del molde de prensa, sin que se produzca la rotura de la misma, o sin que aparezca defectos asociados a la etapa de conformado. En este caso, se sustituye el efecto que tendrían los aditivos orgánicos (los cuales permiten la cohesión de las partículas, minimizan las fuerzas de fricción entre ellas y confieren a la pieza compactada la resistencia mecánica suficiente para su posterior manipulación) por el efecto de la temperatura (que permite el comienzo de la fase inicial de la sinterización, en la que se produce el crecimiento del sinter-enlace o cuello en las partículas sueltas, lo cual permite el posterior desmoldeado de la pieza y confiere a ésta la resistencia mecánica suficiente para su posterior manipulación).
- Una vez desmoldada la pieza, ésta se introduce, de nuevo, en un horno eléctrico con el fin de llevar a cabo las fases intermedia y final de la etapa de sinterización en las que se produce, principalmente, la densificación de la pieza y el crecimiento del tamaño de los granos. Se divide la sinterización en dos etapas, pre-sinterización y sinterización. La sinterización en sí consta de tres fases (inicial, intermedia y final). En este caso la fase inicial se desarrolla durante la etapa de pre-sinterización y las fases intermedia y final se desarrollan durante la etapa de sinterización. El ciclo térmico utilizado para la sinterización consiste en un calentamiento a una velocidad comprendida entre 0,1 y 25°C/min, preferentemente entre 0,2 y 20°C/min, más preferentemente entre 0,3 y 10°C/min, y más preferentemente aún entre 0,5 y 5°C/min, hasta una temperatura máxima comprendida entre 700 y 1400°C, preferentemente entre 800 y 1350°C, más preferentemente 900 y 1300°C, y más preferentemente aún entre 1000 y 1250°C, y una permanencia, a esta temperatura máxima, de 0,1-20 horas, preferentemente de entre 0,3 y 18 horas, más preferentemente entre 0,6 y 15 horas, y más preferentemente aún entre 1 y 12 horas.
- El procedimiento descrito presenta ventajas, a saber:
- Proceso que permite obtener piezas sinterizadas sin roturas y libres de defectos, de elevada densidad, para su posterior utilización según la aplicación a la que esté destinada.
 - Técnica apta para cualquier tipo de material cerámico nanométrico, adaptando el ciclo térmico utilizado en la etapa de sinterización.
 - Técnica apta para cualquier tipo de geometría de la pieza final, pudiendo utilizarse en la fabricación de piezas cerámicas destinadas a muy diferentes aplicaciones
 - Procesado limpio, al eliminar los aditivos orgánicos propios del procesado, eliminando por tanto los gases generados durante la combustión de los mismos
- La presente invención se refiere también al uso de las piezas cerámicas obtenidas mediante el procedimiento de la invención como material para aplicaciones técnicas, tales como aplicaciones en cerámicas electromagnéticas, eléctricas, resistentes al choque térmico, a la abrasión y al desgaste.

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 representa la evolución de la presión de prensado aplicada sobre el polvo nanométrico de la ferrita de NiZn, en función de la posición de la traviesa de la máquina universal de ensayos (INSTRON) (utilizada para la compactación de la pieza), durante el conformado de las mismas.

- 5 La Figura 2 muestra un esquema del montaje utilizado en el prensado unidireccional en seco del polvo del material cerámico nanométrico (molde de prensado y cámara de vacío).

La Figura 3 muestra un esquema del montaje utilizado en la pre-sinterización de las piezas compactadas con el polvo del material cerámico nanométrico (situación del molde de prensado dentro de la cámara del horno).

- 10 Todas las características y ventajas expuestas, así como otras propias de la invención podrán entenderse mejor con el siguiente ejemplo. Por otra parte el ejemplo mostrado no tiene carácter limitativo sino ilustrativo a modo de que se pueda entender mejor la presente invención.

Ejemplo:

- 15 Se ha compactado una pieza a partir de partículas nanométricas de ferrita de NiZn por prensado unidireccional en seco. El proceso de compactación ha consistido en la repetición de varios ciclos consecutivos (Figura 1) en los que se ha aumentado la presión de prensado progresivamente hasta un valor determinado de la presión, valor que se ha mantenido constante durante un intervalo de tiempo de 5 segundos. El número de ciclos utilizados ha sido de 8, y los valores de la presión de prensado alcanzados en cada uno de ellos han sido de 10, 20, 40, 80, 110, 150, 180 y 200 MPa. El molde de prensado se ha situado en el interior de una camisa metálica, tal y como se aprecia en la Figura 2, sometiéndolo a vacío durante todo el proceso de compactación.

- 20 Tras el proceso de compactación, se ha introducido el molde de prensado (el cual contiene la pieza conformada a partir del polvo nanométrico de la ferrita de NiZn) en el interior de un horno eléctrico con el fin de llevar a cabo la pre-sinterización de la pieza compactada mediante radiación de infrarrojos (ver Figura 3).

El ciclo térmico utilizado para la pre-sinterización ha consistido en un calentamiento a una velocidad de 0,8°C/min hasta la temperatura máxima de 500°C, y una permanencia a esta temperatura máxima de 2 horas.

- 25 Una vez desmoldada la pieza, ésta se ha introducido, de nuevo, en un horno eléctrico con el fin de llevar a cabo la sinterización de la pieza, la cual ha consistido en un calentamiento a una velocidad de 0,8°C/min hasta la temperatura máxima de 1100°C, y una permanencia a esta temperatura máxima de 5 horas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de piezas cerámicas caracterizado porque comprende:
 - conformado por prensado unidireccional en seco de un material cerámico nanométrico y
 - posterior sinterización mediante radiación infrarroja, de microondas o de alta frecuencia, llevada a cabo en dos etapas, que son una pre-sinterización y la fase de sinterización.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material cerámico nanométrico comprende compuestos seleccionados entre óxidos metálicos, nitruros, carburos, boruros, ferritas y cualquier combinación posible de los anteriormente citados.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el conformado se realiza por compactación del material cerámico nanométrico y se realiza sin añadir ningún tipo de aditivo orgánico a la composición.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la compactación del material cerámico nanométrico se lleva a cabo en un molde de prensa metálico de geometría adecuada a la aplicación a la que va a ser destinada el producto final.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el material cerámico nanométrico se dispone en un molde de prensa, el cual a su vez, se sitúa en el interior de una cámara metálica, aplicando vacío a la cámara y manteniendo el vacío durante toda la etapa de compactación de la pieza.
6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la compactación comprende la repetición de varios ciclos consecutivos en los que se aumenta la presión de prensado progresivamente hasta un valor determinado de presión, valor que se mantiene constante durante un intervalo de tiempo.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque en la compactación el número de ciclos utilizados varía entre 2 y 30.
8. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la presión de prensado alcanza un valor en cada ciclo que varía entre 10 y 500 MPa.
9. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la presión de prensado alcanzada se mantiene constante durante un intervalo de tiempo comprendido entre 0,1 y 600 segundos.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque tras finalizar la etapa de compactación, el material compactado que está en un molde de prensado se extrae de la cámara de vacío y se introduce con dicho molde en el interior de un horno eléctrico, y es sometido a una etapa de pre-sinterización mediante radiación seleccionada entre radiación infrarroja, de microondas o de alta frecuencia.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el ciclo térmico utilizado para la pre-sinterización comprende un calentamiento a una velocidad comprendida entre 0.1 y 25°C/min.
12. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la pre-sinterización comprende realizar un ciclo térmico que comprende un calentamiento hasta una temperatura máxima comprendida entre 100 y 700°C.
13. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la pre-sinterización comprende realizar un ciclo térmico que comprende una permanencia de entre 0.1 y 10 horas a la temperatura máxima de pre-sinterización.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque comprende el desmoldeo de la pieza y su introducción en un horno eléctrico con el fin de llevar a cabo las fases intermedia y final de la sinterización, mediante radiación seleccionada entre radiación infrarroja, de microondas o de alta frecuencia.
15. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sinterización comprende realizar un ciclo térmico que comprende un calentamiento a una velocidad comprendida entre 0,1 y 25°C/min.
16. Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque la sinterización comprende realizar un ciclo térmico que comprende calentar a una temperatura máxima comprendida entre 700 y 1400°C.
17. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sinterización comprende realizar un ciclo térmico que comprende una permanencia de 0,1-20 horas a la temperatura máxima de sinterización.

18. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque el material cerámico nanoestructurado es una ferrita de Ni-Zn.
19. Piezas sinterizadas obtenidas a partir del proceso de conformado y sinterización de piezas cerámicas definido en una de las reivindicaciones 1 a 18.
- 5 20. Uso de las piezas cerámicas definidas en la reivindicación 19 como material para aplicaciones técnicas seleccionadas entre cerámicas electromagnéticas, eléctricas, resistentes al choque térmico, a la abrasión y al desgaste.

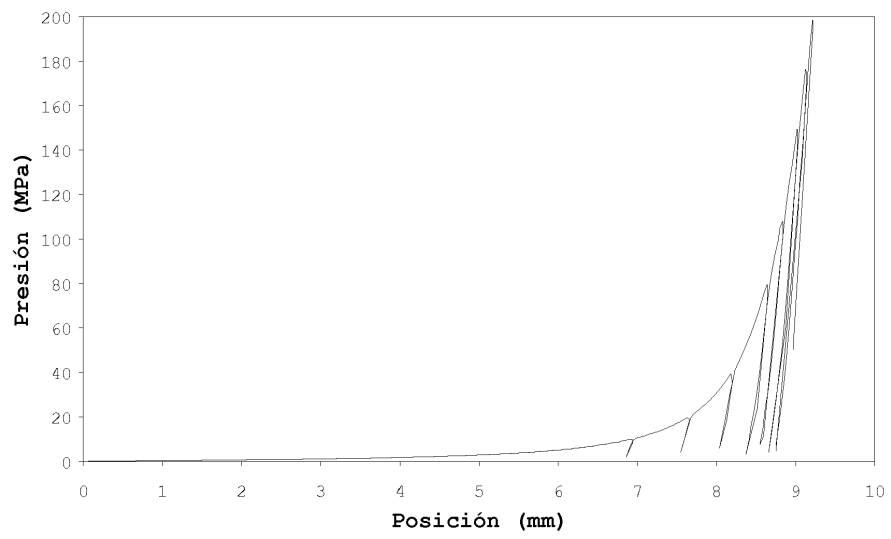


Figura 1

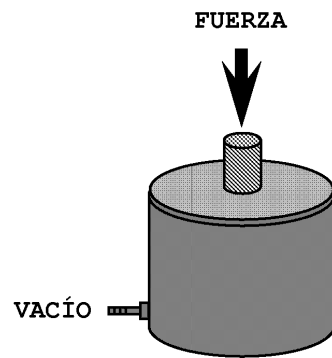


Figura 2

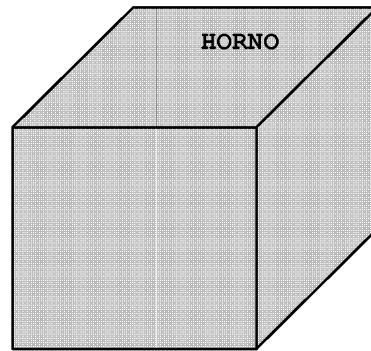


Figura 3



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201130373

②② Fecha de presentación de la solicitud: 17.03.2011

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑤⑥ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|
| A | X.L. SHI et al. "Synthesis of $(\text{Mg}_{0.476}\text{Mn}_{0.448}\text{Zn}_{0.007})(\text{Fe}_{1.997}\text{Ti}_{0.002})\text{O}_4$ powder and sintered ferrites by high energy ball-milling process" Journal of Magnetism and Magnetic Materials 20.11.2006 [online] Vol. 312 páginas 347-353; apartado 1-2. | 1-20 |
| A | M.A. AHMED et al. "Effect of Ni substitution on the structural and transport properties of $\text{Ni}_x\text{Mn}_{0.8-x}\text{Mg}_{0.2}\text{FeO}_4$; $0 \leq x \leq 0.40$ ferrite" Journal of Alloys and Compounds 25.09.2010 [online] Vol. 209 páginas 805-808; apartado 2. | 1-20 |
| A | P. MATHUR et al. "Sustained electromagnetic properties of Ni-Zn-Co nanoferrites for the high-frequency applications" Materials Letters 25.08.2010 [online] Vol. 64 páginas 2738-2741; apartado 2.1. | 1-20 |

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
08.02.2012

Examinador
V. Balmaseda Valencia

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C04B35/30 (2006.01)**B82Y30/00** (2011.01)**C01G49/00** (2006.01)

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

C04B, B82Y, C01G

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, XPESP, WPI, HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 08.02.2012

Declaración**Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)**

Reivindicaciones 1-20
Reivindicaciones

SI
NO

Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)

Reivindicaciones 1-20
Reivindicaciones

SI
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 se publica.

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 | X. .L. SHI et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 20.11.2006 [online] Vol. 312 páginas 347-353. | |
| D02 | M.A.AHMED et al. Journal of Alloys and Compounds 25.09.2010 [online] Vol. 209 páginas 805-808. | |
| D03 | K.SADHANA et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 15.06.2010 [online] Vol. 322 páginas 3729-3736. | |

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 procedimiento de obtención de cerámicas, las piezas resultantes de dicho procedimiento y su uso como cerámicas electromagnéticas, eléctrica, resistentes al choque térmico, a la abrasión y al desgaste.

El documento D01 describe un procedimiento de obtención de una ferrita sinterizada basado en un proceso de molienda con bolas de alta energía que comprende el conformado por presión unidireccional en seco de un material nanométrico $(\text{Mg}_{0.476}\text{Mn}_{0.448}\text{Zn}_{0.007})(\text{Fe}_{1.997}\text{Ti}_{0.002})\text{O}_4$ a 200MPa, su posterior presinterización a una temperatura de 880°C en un horno convencional y, finalmente, su sinterización mediante microondas a 1200°C durante 10min (apartado 1-2).

En el documento D02, se estudian los efectos de la sustitución del Ni sobre las propiedades estructurales y de transporte de la ferrita $\text{Ni}_x\text{Mn}_{0.8-x}\text{Mg}_{0.2}\text{FeO}_4$; $0 \leq x \leq 0.40$. Dicha ferrita se obtiene mediante el conformado de la mezcla por presión uniaxial a $1.9 \times 10^8 \text{Nm}^{-2}$, presinterizado a 200°C durante 10h y después enfriado a temperatura ambiente. A continuación, molienda y prensado y finalmente sinterizado en aire a 1200°C durante 7 h (apartado 2).

En el documento D03 se estudian las propiedades magnéticas del nanocomposite $x\text{Ni}_{0.53}\text{Cu}_{0.12}\text{Zn}_{0.35}\text{Fe}_{1.88}\text{O}_4 + (1-x)\text{BaTiO}_3$. Dicho nanocomposite se obtiene a partir de la compactación por prensado a 8MPa de las mezclas nanométricas de la ferrita NiCuZn y BaTiO₃ en distintas proporciones y su sinterizado a 900°C durante 30 min mediante microondas (apartado 2).

En el documento D04 se estudian las propiedades electromagnéticas de las nanoferritas Ni-Zn-Co en aplicaciones de alta frecuencia. Dicha ferrita se obtiene mediante un procedimiento que comprende la calcinación de sus precursores citratos secos durante 3h a 500°C, su mezcla con un 2% del aglutinante P.V.A, su prensado uniaxial a 20MPa y, finalmente, su sinterizado en aire a 1000°C.

Ninguno de los documentos D01-D04 describe un procedimiento de obtención de un material cerámico que comprenda el conformado de un material cerámico nanométrico por prensado unidireccional aplicando vacío en varios ciclos consecutivos en las que se aumenta la presión y, a continuación, la sinterización (mediante radiación infrarroja, microondas o de alta frecuencia en dos etapas) presinterización y sinterización utilizando las condiciones experimentales reivindicadas. Además, no sería obvio para un experto en la materia dicho procedimiento a partir de los documentos citados.

En consecuencia, se considera que el objeto de dichas reivindicaciones es nuevo e implica actividad inventiva conforme establecen los Artículos 6.1 y 8.1 de la L.P.