(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 391 961**

(21) Número de solicitud: 201130724

(51) Int. Cl.:

C04B 35/80 (2006.01)

(12) SOLICITUD DE PATENTE A1

(22) Fecha de presentación:

06.05.2011

(43) Fecha de publicación de la solicitud:

03.12.2012

(43) Fecha de publicación del folleto de la solicitud:

03.12.2012

(71) Solicitantes:

CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS (CSIC) (50.0%)
SERRANO, 117
28006 MADRID, ES y
UNIVERSIDADE DE SANTIAGO DE COMPOSTELA (50.0%)

(72) Inventor/es:

TORRECILLAS SAN MILLAN, Ramon;
ALVAREZ CLEMARES, Maria Isabel;
DIAZ RODRIGUEZ, Luis Antonio;
CERECEDO FERNANDEZ, Carmen;
VALCARCEL JUAREZ, Victor Manuel y
GUITIAN RIVERA, Francisco

(74) Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

(54) Título: **MATERIALES COMPUESTOS DE CERAMICA Y WHISKERS DE ALUMINA Y PROCEDIMIENTO DE OBTENCION**

(57) Resumen:

Materiales compuestos de cerámica y whiskers de alúmina y procedimiento de obtención.

En la presente invención se describe un material compuesto sinterizado en el que al menos una de las fases que constituyen la matriz es de naturaleza cerámica, y en el cual la fase de refuerzo está constituida por whiskers de α-alúmina con una relación de aspecto promedio superior a 8, siendo la densidad de dicho material compuesto superior al 98% respecto a su densidad teórica. Dicho material presenta un contenido en whiskers comprendido preferentemente entre el 0.5 y el 50% en volumen y unas dimensiones que oscilan preferentemente entre 0.1 y 10 μm y su longitud entre 5 y 500 μm . Es también objeto de la invención un procedimiento de obtención de dichos materiales compuestos. Dicho procedimiento se caracteriza porque comprende la adición del material cerámico a una suspensión de whiskers de α-alúmina en ebullición y su posterior sinterización mediante métodos no convencionales de sinterización.

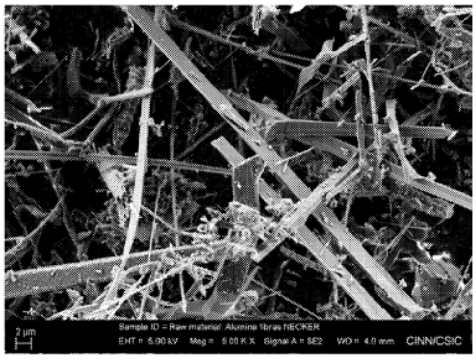

FIG 1

ES 2 391 961 A1

DESCRIPCION

Materiales compuestos de cerámica y whiskers de alumina y procedimiento de obtención

CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se puede incluir en el campo de los materiales compuestos, en concreto en el campo de los materiales cerámicos que contienen partículas de elevada relación de aspecto (fibras o whiskers). En este documento se denominará relación de aspecto al cociente entre la longitud de las fibras y el diámetro de las mismas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

La elevada resistencia al desgaste, elevadas temperaturas y rigidez, entre otras propiedades, de los materiales cerámicos, los ha convertido en candidatos potenciales para el desarrollo de estructuras sometidas a solicitaciones mecánicas que otros materiales, como metales o polímeros, no pueden satisfacer.

Existen ya desde los años 80, numerosos estudios en los cuales se ha tratado de mejorar cualidades como la tenacidad o la resistencia a la deformación a alta temperatura de las cerámicas estructurales ya conocidas. A partir de la aparición de dichos estudios se ha generalizado el uso de whiskers como refuerzo de materiales cerámicos.

En la mayoría de casos se emplean whiskers de carburo de silicio debido a la mejora que experimenta la resistencia mecánica. Sin embargo, dichos materiales no son aptos para el trabajo a alta temperatura en atmósferas oxidantes, debido a que bajo dichas condiciones, los whiskers de SiC se degradan con el tiempo haciendo que el material pierda estabilidad y, por tanto, no sea adecuado como elemento estructural.

En este sentido, emplear whiskers de cerámica no oxídica supondría una ventaja sin precedentes, dando lugar a un material más estable para un rango más amplio de temperaturas de trabajo. Los whiskers de alúmina resultan una opción especialmente interesante en este caso debido a que es un material no oxidable, de gran estabilidad química y con buenas propiedades mecánicas. Sin embargo, la eficiencia como refuerzo de estos materiales depende de su relación de aspecto. Los whiskers resultan menos eficaces como refuerzo cuando disminuye su relación de aspecto ya que dan lugar a tenacidades y resistencias a fractura inferiores [H. Fukuda, W.-T. Chou.; J. Mater. Sci. 17, (1982) 1003-11; Y. Baek, C.H. Kim; J. Mater. Sci. 24, (1989) 1589-93; I. Wadswirth, R. Stevens; J. Amer. Ceram. Soc. 9, (1992) 153-163]. Sin embargo, trabajar con relaciones de aspecto elevadas conlleva como inconveniente principal la aglomeración de los whiskers, resultando dichos aglomerados una fuente de defectos en el material. Por ello, su procesamiento incluye generalmente etapas como la molienda o dispersión mediante ultrasonidos que homogenizan la distribución de los whiskers, pero que reducen su relación de aspecto.

En el estado del arte existen numerosas referencias al uso de whiskers de alúmina como refuerzo de matrices metálicas [J. Corrochano, C. Cerecedo, V. Valcárcel, M. Lieblich, F. Guitián; Materials Letters 62, (2008) 103-105] y poliméricas [Z. Wen, M. Wu, T. Itoh, M. Kubo, Z. Lin, O. Yamamoto; Solid State Ionics 148, (2002) 185-91]. Existen sin embargo muy pocas referencias al empleo de los mismos como refuerzo de materiales cerámicos. Así, en la patente EP0282879 se reivindica un material donde la matriz es una vitrocerámica de aluminosilicato de litio y que se caracteriza por encontrarse las fibras con una orientación unidireccional dentro de una estructura multicapa. La patente europea EP0194811 protege un material que contiene whiskers cerámicos conjuntamente con partículas de refuerzo en una matriz cerámica, en el cual se emplean aditivos de sinterización, no indicándose el grado de densidad del material obtenido. Finalmente, en la patente WO2009/102815 los inventores reivindican un material compuesto poroso de alúmina con fibras de alúmina. También existen algunos artículos [Nevarez-Rascon, A. Aguilar-Elguezabal, E. Orrantia, M.H. Bocanegra-Bernal; Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 29, (2011) 333-340; Nevarez-Rascon, A. Aguilar-Elguezabal, E. Orrantia, M.H. Bocanegra-Bernal; Int. Acta Biomaterialia 6, (2010) 563-570], donde se indica el uso de fibras de alúmina como refuerzo de composites cerámicos pero donde en ningún caso se obtienen densidades superiores al 98%, como en el caso de la presente invención.

Si bien existen referencias en la literatura en las que se menciona la utilización de whiskers de alúmina en matrices cerámicas; sin embargo no se ha constatado en el estado de la técnica ningún documento que describa el uso de whiskers de alúmina como refuerzo de materiales cerámicos densos para ser empleados con funcionalidad estructural a alta temperatura, donde adicionalmente los whiskers se encuentren homogéneamente dispersos y presenten una relación de aspecto promedio superior a 8. Asimismo, tampoco se ha encontrado en la literatura ningún procedimiento que permita obtener los materiales descritos sin emplear aditivos de sinterización, tal y como se reivindica en la presente invención.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

De este modo, es un primer objeto de la invención un material compuesto en el que al menos una de las fases que constituyen la matriz es de naturaleza cerámica, y en el cual la fase de refuerzo está constituida mediante whiskers de α-alúmina con una relación de aspecto promedio (calculada como el cociente entre su longitud y su diámetro) superior a 8, siendo la densidad de dicho material compuesto superior al 98% de su densidad teórica.

Como consecuencia de las características anteriores, el material compuesto objeto de la invención se caracteriza por no sufrir degradaciones a altas temperaturas, preferentemente superiores a 1000º, así como por ser adecuado para su

utilización en aplicaciones estructurales.

Un aspecto preferente de la invención es aquel en el que el contenido total de whiskers en el material compuesto se encuentra comprendido entre un 0.5% y un 50%, en volumen. Contenidos inferiores dan lugar a una diferencia significativa en el comportamiento mecánico de la matriz y, por otra parte, contenidos superiores de whiskers de α alúmina no suponen un refuerzo eficaz debido a que los whiskers no se dispersan correctamente y pueden suponer una fuente de defectos en el material.

Otro aspecto preferente de la invención es aquel en que los whiskers se encuentran homogéneamente distribuidos en la matriz del material y presentan un diámetro de entre 0.1 y 10 µm, más preferentemente entre 0.1 y 5 µm, y una longitud de entre 5 y 500 µm. La homogeneidad en la distribución de los whiskers resulta un factor crucial de cara a conseguir una mejora en el comportamiento mecánico global del material. Asimismo, conseguir que los whiskers mantengan una relación de aspecto elevada, igual o superior a 8 y preferentemente superior a 9, es importante para que los mecanismos de puenteo que actúan evitando la propagación de grietas sean eficientes.

Es asimismo objeto de la invención un procedimiento de obtención de materiales compuestos en el que al menos una de las fases que constituyen la matriz es de naturaleza cerámica, y en el cual la fase de refuerzo está constituida mediante whiskers de α-alúmina con una relación de aspecto promedio superior a 8.

Este procedimiento permite solventar los problemas de aglomeración durante el procesamiento de los whiskers y la dificultad para obtener materiales compuestos con densidades elevadas que den lugar a una mejora en las propiedades mecánicas de dichos materiales. En dicho procedimiento se emplean técnicas de sinterización caracterizadas por el uso de hornos no convencionales, no siendo necesario el uso de aditivos de sinterización.

De este modo, es objeto de la invención un procedimiento de obtención de materiales compuestos sinterizados formados por al menos una fase cerámica y whiskers de α-alúmina (en adelante, procedimiento de la invención), caracterizado por que comprende las siguientes etapas:

a) adición del material cerámico a una dispersión de whiskers;

b) sinterización del material obtenido en (a) mediante métodos no convencionales de sinterización.

Un aspecto preferente de la invención es aquel en que la adición de los whiskers de α-alúmina en la etapa (a) del procedimiento de la invención tiene lugar mediante agitación en un disolvente en ebullición. Dicho método, resulta menos agresivo que los referenciados en otros trabajos que principalmente emplean sondas ultrasónicas para lograr un buen grado de dispersión y que normalmente conlleva la ruptura de las fibras de mayor longitud disminuyendo su relación de aspecto. Por el contrario, la dispersión de los whiskers de α-alúmina en un disolvente en ebullición, permite la desaglomeración de las fibras de manera suave, evitando su ruptura. Como resultado se obtiene un material compuesto donde las fibras o whiskers de α-alúmina se encuentran homogéneamente dispersas en la matriz cerámica conservando una elevada relación de aspecto, igual o superior a 8 y preferentemente superior a 9 y mejorando las propiedades mecánicas del material.

La adición del material cerámico en la etapa (a) se lleva a cabo preferentemente a la temperatura de ebullición del disolvente, sometiendo la mezcla a agitación y calefacción hasta la eliminación total del disolvente.

En una realización preferida de la invención, la dispersión una vez seca es introducida a continuación en un sistema calefactor, preferentemente una estufa, donde se mantiene a una temperatura preferente de entre 100 y 150ºC, y más preferente de 120ºC.

Asimismo, en una realización preferida aunque no limitante de la invención, la mezcla es sometida a continuación a un proceso de molturación y tamizado mediante el empleo de una malla estándar con el tamaño de luz seleccionado, preferentemente 63 µm, dando lugar a un material en polvo que puede ser sometido posteriormente a una etapa de prensado uniaxial, preferentemente en prensa hidráulica a una presión comprendida preferentemente entre 10 y 30 MPa, y más preferentemente de 15 MPa.

Otro aspecto preferente de la invención es aquel en el que la sinterización de la etapa (b) del procedimiento de la invención se realiza mediante la técnica de sinterización por descarga de plasma (Spark Plasma Sintering). A diferencia de otros métodos de sinterización no convencionales el uso de esta técnica permite obtener materiales con una densidad próxima a su densidad teórica, siendo ésta calculada a partir de la densidad del monocristal de las fases que componen el material, aplicando la ley de mezclas a temperaturas más bajas que por otros métodos y sin necesidad de emplear aditivos de sinterización que pueden tener efectos contraproducentes (como formación de fases vítreas que disminuyan la resistencia mecánica a alta temperatura) en función de la aplicación del material.

En una realización preferida de la invención, el proceso de Spark Plasma Sintering se lleva a cabo a una presión comprendida preferentemente entre 5 y 800 MPa, más preferentemente, de 80 MPa, a una temperatura igual o inferior a 2000ºC.

Si bien la sinterización por descarga de plasma es el método llevado a cabo de manera preferida en la invención, dicho método no es limitante, pudiéndose emplear otras técnicas de sinterización no convencional como, por ejemplo, el

prensado isostático en caliente (HIP) o la sinterización en hornos de microondas.

Un objeto adicional de la invención es el relacionado con el uso de estos materiales en aplicaciones estructurales. De manera preferida, dichas aplicaciones estructurales pueden consistir en frenos de vehículos de transporte, componentes para alta temperatura, preferentemente superiores a 1000ºC, o blindajes, entre otras posibilidades.

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

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 figuras en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

- **Figura 1.-** Micrografía de los whiskers de alúmina empleados;
- **Figura 2.-** Micrografía de la disposición de las fibras en el cuerpo en verde de un material compuesto de alúmina reforzado con whiskers de alúmina preparado según el procedimiento de la invención;
- **Figura 3.-** Micrografía de la disposición de las fibras en el cuerpo sinterizado a 1700ºC de un material compuesto de mullita reforzado con whiskers de alúmina;
- **Figura 4.-** Gráfico en el cual se representa la deformación de un material de alúmina reforzado con whiskers de alúmina, preparado según el procedimiento de la invención, tras 24h a 1200ºC y sometido a 100 MPa (línea continua). En el gráfico se compara dicha deformación con la registrada para el mismo tipo de alúmina sin reforzar (líneas de trazos discontinuos) y para un composite de alúmina con un 17% de carburo de silicio (línea punteada).

REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCIÓN

Ejemplo 1. Material de alúmina reforzada con un 5% en peso de whiskers de alúmina

Las materias primas de partida empleadas fueron las siguientes:

- Alúmina: α-alúmina con tamaño medio de partícula 158 nm y pureza superior al 99% (Taimei);
- Whiskers de alúmina: whiskers de α-alúmina de longitud 5-500 μm y diámetro promedio 0.1-10 μm, con una pureza del 98-99% (Neoker);
- Propanol.

Se calentó en un recipiente una cantidad en exceso de propanol hasta alcanzar la temperatura de ebullición.

Seguidamente se añadieron los whiskers de alúmina manteniendo en ebullición la dispersión y posteriormente el material cerámico (en este caso, alúmina). La dispersión se mantuvo en agitación y calefacción hasta la eliminación del disolvente.

La dispersión seca se mantuvo durante 24h en una estufa a una temperatura de 120ºC.

Posteriormente se molturó y tamizó mediante una malla estándar con una luz de 63 μm.

El cuerpo en verde fue obtenido mediante el prensado uniaxial en prensa hidráulica del polvo a una presión de 15 MPa. La preforma obtenida en este caso fue un cilindro de 20 mm de diámetro y altura variable en función de la cantidad de material empleada.

Finalmente la sinterización del producto así obtenido fue realizada mediante la técnica de Spark Plasma Sintering. Las condiciones empleadas en el ciclo fueron las siguientes:

- Atmósfera de vacío (10^{-1} mbars);
- Velocidad de calentamiento 50ºC/min;
- Temperatura máxima: 1700º C;
- Presión aplicada: 80 MPa (aplicados a 600º C a una velocidad de 4MPa);
- Estancia a máxima temperatura: 2 min;
- Enfriamiento libre.

La densidad del material así obtenido resultó ser del 3.9 g/cm^3, superior por tanto al 99% de la densidad teórica de la alúmina.

El material fue sometido a un test de tenacidad por indentación, obteniéndose un valor de 5.2 ± 0.01 MPa·$m^{1/2}$. Su resistencia a la flexión y su deformación a altas temperaturas se caracterizaron mediante ensayos de flexión en tres puntos. Como valor de su resistencia a la flexión se obtuvieron 300 MPa. Los valores de deformación a las diferentes temperaturas de ensayo se recogen en la Tabla 1.

Tabla 1

Temperatura de ensayo (ºC)	Velocidad de deformación por fluencia (S^{-1})
1200	$3 \cdot 10^{-9}$
1250	$8 \cdot 10^{-9}$
1300	$6 \cdot 10^{-8}$

Ejemplo 2. Material de mullita reforzada con un 20% en peso de whiskers de alúmina

Las materias primas de partida empleadas fueron las siguientes:

- Mullita: Baikowski 193 CR, de tamaño de partícula 2.7 µm y pureza (Baikowski);
- Whiskers de alúmina: whiskers de α-alúmina de longitud 5-500 µm y diámetro promedio 0.1-10 µm; con una pureza del 98-99% (Neoker);
- Propanol.

Se obtuvo una dispersión de whiskers de alúmina y mullita siguiendo el mismo proceso de mezcla en ebullición que en el ejemplo 1. La dispersión fue secada a continuación mediante agitación y calentamiento simultáneo hasta la eliminación del disolvente.

Una vez seca la dispersión se mantuvo durante 24h en una estufa a una temperatura de 120ºC.

Posteriormente se molturó y tamizó mediante una malla estándar con una luz de 63 µm.

El cuerpo en verde fue obtenido mediante el prensado uniaxial en prensa hidráulica del polvo a una presión de 15 MPa. La preforma obtenida en este caso fue un cilindro de 20 mm de diámetro y altura variable en función de la cantidad de material empleada.

Finalmente la sinterización del producto así obtenido fue realizada mediante la técnica de Spark Plasma Sintering. Las condiciones empleadas en el ciclo fueron las siguientes:

- Atmósfera de vacío (10^{-1} mbars);
- Velocidad de calentamiento 50ºC/min;
- Temperatura máxima: 1700ºC;
- Presión aplicada: 80 MPa (aplicados a 600ºC a una velocidad de 4MPa);
- Estancia a máxima temperatura: 5 min;
- Enfriamiento libre.

La densidad del material así obtenido resultó ser del 3,14 g/cm^3, superior por tanto al 98,4% de la densidad teórica del material.

Los valores de deformación a las diferentes temperaturas de ensayo se recogen en la Tabla 2.

Tabla 2

Temperatura de ensayo (ºC)	**Velocidad de deformación por fluencia (s^{-1})**
1200	$1 \cdot 10^{-8}$
1250	$5 \cdot 10^{-8}$
1300	$7 \cdot 10^{-8}$
1350	$1 \cdot 10^{-7}$

REIVINDICACIONES

1. Material compuesto sinterizado que comprende una matriz de al menos una fase cerámica y una fase de refuerzo constituida por whiskers de α-alúmina con una relación de aspecto promedio superior a 8, siendo la densidad de dicho material compuesto superior al 98% respecto a su densidad teórica.

Material compuesto sinterizado de acuerdo a la reivindicación 1, donde el porcentaje de whiskers de α-alúmina en el material compuesto se encuentra comprendido entre un 0.5 y un 50% en volumen.

2. Material compuesto sinterizado de acuerdo a reivindicación 1 o 2, donde los whiskers de α-alúmina se encuentran homogéneamente distribuidos en la matriz y presentan un diámetro entre 0.1 y 10 μm y una longitud entre 5 y 500 μm.

3. Procedimiento de obtención de materiales compuestos sinterizados formados por al menos una fase cerámica y whiskers de α-alúmina con una relación de aspecto promedio superior a 8, siendo la densidad de dicho material compuesto superior al 98% respecto a su densidad teórica, que comprende las siguientes fases:

a) adición del material cerámico a una dispersión de whiskers de α-alúmina;

b) sinterización del material obtenido en (a) mediante un método no convencional de sinterización.

4. Procedimiento de obtención de materiales compuestos sinterizados formados por al menos una fase cerámica y whiskers de α-alúmina, de acuerdo a la reivindicación 4, caracterizado porque la dispersión de los whiskers de α-alúmina durante la etapa (a) tiene lugar mediante agitación en un disolvente en ebullición.

5. Procedimiento de obtención de materiales compuestos sinterizados formados por al menos una fase cerámica y whiskers de α-alúmina, de acuerdo a la reivindicación 4 o 5, donde la sinterización de la etapa (b) se realiza mediante descarga de plasma.

6. Uso de un material según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en componentes estructurales.

7. Uso, de acuerdo a la reivindicación 7, donde dicho componente estructural es seleccionado entre frenos de vehículos de transporte, componentes para alta temperatura o blindajes.

2 µm
Sample ID = Raw material: Alumina fibras NEORER
EHT = 5.00 kV Mag = 5.00 K X Signal A = SE2 WD = 4.0 mm
CINN/CSIC

FIG 1

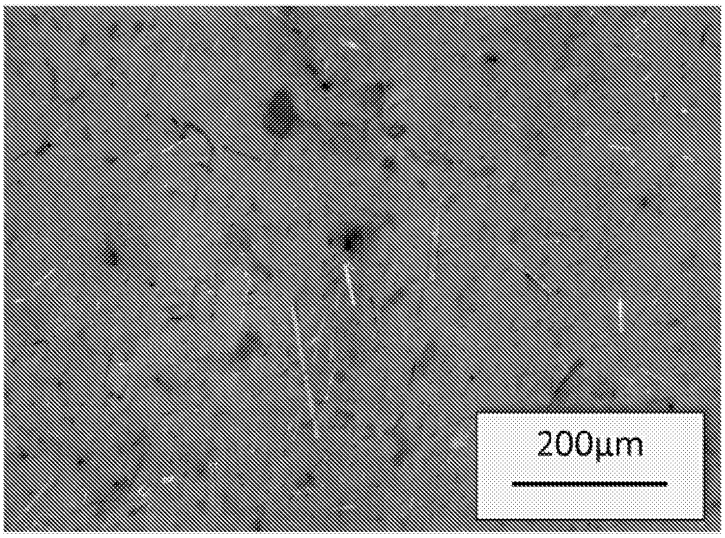
200µm

FIG 2

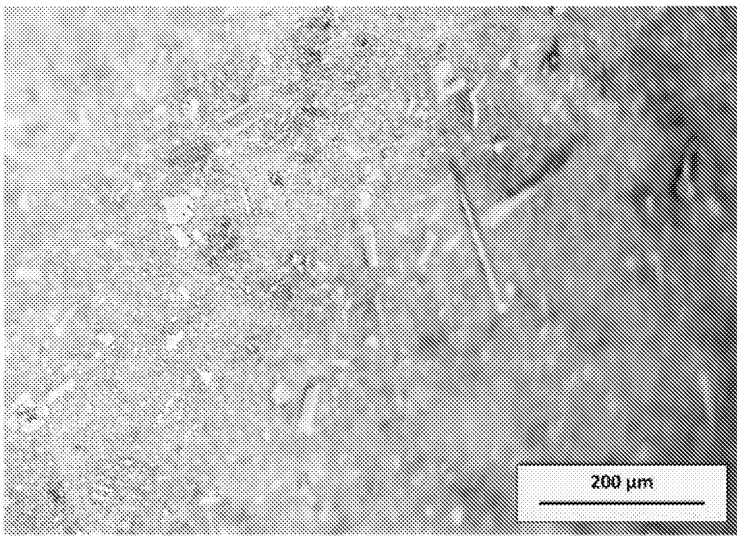
200 µm

FIG 3

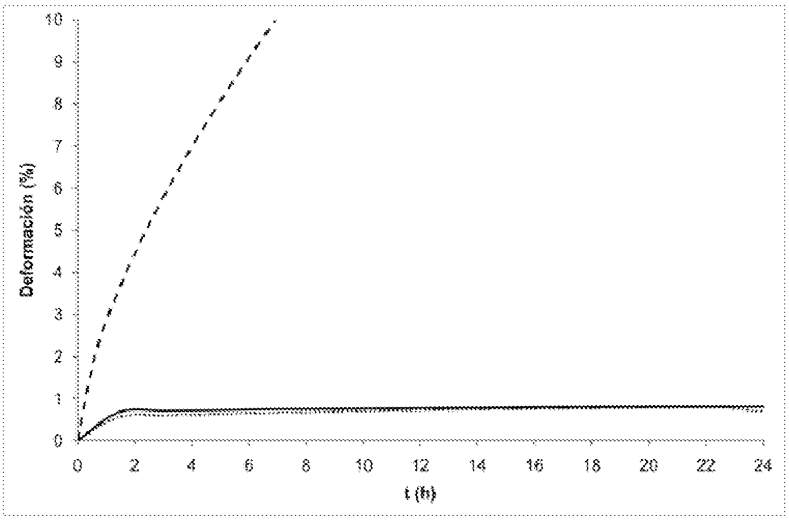
Deformación (%)
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
22
24
t (h)

FIG 4

OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(21) N.º solicitud: 201130724

(22) Fecha de presentación de la solicitud: 06.05.2011

(32) Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

(51) **Int. Cl. :** ***C04B35/80*** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	(56) Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	NOBUYUKI T AMARI ET AL . " Mechanical Properties o f Zirconia-Alumina W hisker C omposite Ceramics" Journal of Ceramic Society of Japan 1992 Vol.100 [4] páginas 613-616; apartados 2-3.	1-4,7,8
A	B.SONUPARLAK " Tailoring the Mi crostructure o f C eramics and C eramic Matrix C omposites Through Processing" Composites Science and Technology 1990 Vol.37 páginas 299-312; páginas 301, 302 y 307.	1-8
A	A.NEVAREZ-RASCON " Compressive st rength, hardness and f racture t oughness of A l2O3 whiskers re inforced ZTA an d A TZ nanoco mposites: W eibull a nalysis" I nt. Journal of R efractory Metals and Hard Materials 22/12/2010 [online] Vol.29 páginas 333-340; apartado 2 Tablas 1 y 2.	1-8

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	Examinador	Página
07.08.2012	**V. Balmaseda Valencia**	1/4

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, XPESP, NPL, HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 07.08.2012

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	5,6	**SI**
	Reivindicaciones	1-4,7,8	**NO**
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	5,6	**SI**
	Reivindicaciones	1-4,7,8	**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	NOBUYUKI TAMARI ET AL. Journal of Ceramic Society of Japan 1992 Vol.100 [4] páginas 613-616.	
D02	B.SONUPARLAK Composites Science and Technology 1990 Vol.37 páginas 299-312.	
D03	A.NEVAREZ-RASCON Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 22/12/2010 [online] Vol.29 páginas 333-340.	

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 material compuesto sinterizado que comprende una matriz y al menos una fase cerámica y una fase de refuerzo constituida por whiskers de alfa-alúmina, su procedimiento de obtención y su uso en componentes estructurales.

El documento D01 divulga un material compuesto cerámico de circona reforzado con whiskers de alúmina que presenta un aspecto promedio superior a 8 y una densidad relativa superior al 99%. Los whiskers de alfa-alúmina presentan un diámetro, aproximadamente de 1 micrómetro y una longitud comprendida entre 10 - 20 micrómetros. Dicho material se obtiene a partir de la mezcla de los whiskers de alúmina y la circona pulverizada en proporciones del 10%, 20% y 40% en volumen. La mezcla se prensa en caliente a una temperatura de 1500ºC y una presión de 30MPa durante 30 min. Así mismo, se contempla el uso de este tipo de materiales como componentes estructurales.

Así por tanto, las características técnicas de las reivindicaciones 1-4, 7 y 8 son conocidas del documento D01. En consecuencia, se considera que el objeto dichas reivindicaciones carece de novedad y actividad inventiva (Artículos 6.1 y 8.1).

La diferencia entre el objeto de las reivindicaciones 5 y 6 y el documento D01 radica en que dicho documento no divulga un procedimiento de obtención en las condiciones experimentales recogidas en dichas reivindicaciones.
Además, no sería obvio para un experto en la materia dicho procedimiento a partir del documento citado.

En consecuencia, se considera que el objeto de las reivindicaciones 5 y 6 es nuevo e implica actividad inventiva (Artículos 6.1 y 8.1 de la L.P.)