

CAVELIER

ABOGADOS

www.cavelier.com
cavelier@cavelier.com

EDIFICIO
CARRERA 4 N
BOGOTÁ 8, C

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 05-011645-00007-0000

Fecha: 2009-09-09 16:45:41 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTE/II Eje: 379 FASE NACIONAL II
Act. 444 RESPUESTA REQUE Folios: 19

511
350
314
360

Señora Jefe de la
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
Superintendencia de Industria y Com.
E. S. D.

Trámite : 011 Evento : 379 Actuación : 444

Referencia : Expediente No. 05011645
Asunto : Solicitud de patente para **POLVO CERÁMICO
PLASMA REDONDEADO**
Solicitante : SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.
Clase : C23C 004/010
Fecha de Presentación: 9 DE FEBRERO DE 2005.

1. Yo, Emilio FERRERO, obrando como apoderado del solicitante en el asunto antes identificado, me refiero al oficio número **6824** notificado por fijación en lista de 12 de junio de 2009.

2. Mediante oficio número **6824** se puso en conocimiento del solicitante el informe que contiene las observaciones hechas por su Despacho sobre la presente solicitud de patente. Atiendo a las observaciones de la manera siguiente:

2.1 DESCRIPCION Y REIVINDICACIONES

El examinador sugiere revisar la traducción a español del aparte descriptivo, las reivindicaciones, y el título.

Además señala las reivindicaciones contienen algunas expresiones ambiguas y requiere a mi Representada precisar con claridad el objeto de la solicitud.

91
et

De conformidad con lo establecido en el artículo 34 de la Decisión 486, que permite al solicitante en cualquier momento del trámite efectuar modificaciones sin ampliar el objeto de la invención inicialmente solicitada, me permito presentar un nuevo capítulo reivindicatorio, que comprende ocho (8) reivindicaciones así como una memoria descriptiva modificada.

3.1 La memoria descriptiva y el pliego reivindicatorio fueron revisados en su totalidad. A este respecto es preciso aclarar que los términos en inglés yttria, magnesia, calcia, ceria, hafnia, y zirconia, (de acuerdo con el Merck Index, Ed. 13), son los nombres comunes de los óxidos de itrio, magnesio, calcio, cerio, hafnio ó zirconio, respectivamente. Así las cosas los mismos fueron reemplazados adecuadamente por su equivalente en castellano.

3.2 El título de la invención fue reemplazado por: **POLVO CERÁMICO GLOBULIZADO CON PLASMA**. La descripción y las reivindicaciones fueron modificadas en forma correspondiente.

3.3 En la reivindicación 1 la expresión "la mayoría de las partículas mencionadas son huecas", la cual fue objetada por ese Despacho, fue reemplazada por: "al menos el 75% de dichas partículas siendo huecas".

3.4 En la cláusula independiente de procedimiento (5) se precisó el significado de la expresión "óxido efectivo para estabilizar" mediante la inclusión de una lista de especies seleccionadas, que son a saber: óxido de itrio, óxido de calcio, óxido de cerio, óxido de hafnio, óxido de magnesio, y óxidos de metales de tierras raras.

95
08
/

3.5 Finalmente, en las reivindicaciones de procedimiento se retiraron las expresiones que se referían a resultados a alcanzar con el mismo, tal como "obtener substancialmente partículas esféricas."

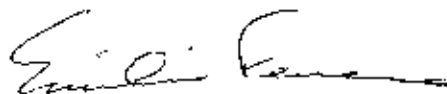
Así las cosas, puede concluirse que la materia revelada en la memoria descriptiva y en cláusulas modificadas es clara y concisa, y permite a la persona versada en la materia poner en práctica la invención y compararla con el estado del arte.

4. Puesto que se han atendido a cabalidad las observaciones hechas por su Despacho sobre la presente solicitud de patente, atentamente le solicito se sirva continuar con el trámite de la presente solicitud pues esta cumple con las disposiciones de los artículos 14, 16, 18, 28 y 30 de la Decisión 486.

5. ANEXOS:

1. Nuevo pliego reivindicatorio compuesto por ocho (8) reivindicaciones.
2. Nueva memoria descriptiva
3. Formulario para modificaciones.

Señora Jefe,



EMILIO FERRERO

T.P.A. No. 31.929

FORMULARIO UNICO DE CORRECCIONES Y MODIFICACIONES

1	SOLICITUD DE: ☐ Corrección de Error Material ☒ Modificación a una solicitud	
2	SOLICITANTE Nombre: SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC. Sociedad constituida y existente bajo las leyes del Estado de Delaware, Estados Unidos de América Dirección: 1 New Bond Street, Box Number 15138, Worcester, Massachusetts 1615-0138, Estados Unidos de América Domicilio: Worcester, Massachusetts 1615-0138, Estados Unidos de América Teléfono: 546 09 70 Fax: 249 40 70 E-mail: clientes@cavelier.com	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número: _____
3	REPRESENTANTE O APODERADO Nombre: Emilio FERRERO Dirección: Carrera 4ª No. 72-35 Teléfono: 347 36 11 Fax: 217 92 11 E-mail: cavelier@cavelier.com	IDENTIFICACION C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número: <u>438.019</u> TP <u>31.929</u>
4	Número de expediente: <u>05.011.645</u>	
5	Descripción de la corrección o modificación solicitada: Presento nuevos capítulos descriptivo y reivindicatorio compuesto por 8 reivindicaciones con el fin de superar las objeciones hechas por Su Despacho a la presente solicitud de patente y pido respetuosamente que el examen de patentabilidad sea realizado sobre estas nuevas reivindicaciones presentadas. Solicito respetuosamente a Su Despacho tener en cuenta que el nuevo título de esta solicitud de patente ha quedado como sigue: <u>Proceso para fabricar cerámicas de alta resistencia</u>	
6	Comprobante de pago No. _____ Fecha: _____	
7	Anexos ☐ Comprobante de pago de la tasa por \$111.000, por concepto de modificaciones. ☐ Poderes, si fuere el caso ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal de las partes, cuando sean personas jurídicas.	

8	NOMBRE: EMILIO FERRERO	FIRMA: 
C.C. 438.019. de Usaquén T.P.A. 31.929		
AMG		

97
97

POLVO CERÁMICO GLOBULIZADO CON PLASMA

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se relaciona con polvos cerámicos, particularmente con polvos de dióxido de zirconio y con un proceso para la producción de polvos cerámicos en el cual los polvos tienen una elevada composición uniforme.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los polvos de dióxido de zirconio estabilizado son ampliamente utilizados para proporcionar revestimientos térmicamente estables y resistentes a la abrasión a piezas que son expuestas a temperaturas muy altas durante su uso pero que también son expuestas a temperaturas ambiente. Sin embargo, estos presentan una desventaja bien conocida dado que a medida que oscilan entre temperaturas altas y bajas, experimentan cambios en la fase cristalina, de la estructura de fase cristalina tetragonal, que es estable a elevadas temperaturas, a la estructura de fase cristalina monoclinica, que es estable a temperatura ambiente. Los cambios de volumen, que ocurren a medida que estos cambios de fase cristalina tienen lugar, comprometen la integridad física de los revestimientos de dióxido de zirconio. Existe otra fase del dióxido de zirconio que también es estable a temperaturas superiores a la temperatura de transición monoclinica/tetragonal, (la fase "cúbica"), pero dado que el cambio de volumen que ocurre es muy pequeño o nulo durante la transición de cúbica a tetragonal, dicha fase se tratará para fines de esta descripción como una forma de la fase tetragonal y no se hará distinción entre las mismas.

Con el fin de solucionar los problemas de integridad en los revestimientos de dióxido de zirconio que resultan por los cambios de fase cristalina, es usual usar dióxido de

99
PT

zirconio estabilizado en los revestimientos en polvo. La estabilización se puede lograr por medio de la adición de una variedad de aditivos que tienen el efecto de inhibir la conversión de la fase cristalina tetragonal a la fase cristalina monoclinica con el enfriamiento. Dichos aditivos incluyen óxidos estabilizadores tales como óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido de itrio, óxido de cerio, óxido de hafnio y óxidos de metales de tierras raras.

Los revestimientos de dióxido de zirconio estabilizado son ampliamente utilizados para producir un revestimiento protector desgastable sobre superficies o revestimientos térmicos de barrera. Estos son aplicados típicamente como aspersiones por medio de métodos de revestimiento a la llama o de revestimiento con plasma.

En la producción de polvos de dióxido de zirconio estabilizados, la técnica más común se describe en la patente No. 4,450,184 de los Estados Unidos de Longo y otros, en la cual una lechada acuosa que comprende una mezcla de dióxido de zirconio y materiales estabilizadores se alimenta a un secador por atomización para formar partículas porosas secas. Las partículas porosas se funden en estructuras huecas homogéneas con pistolas de revestimiento a la llama o de revestimiento con plasma que derriiten y fusionan los componentes de forma tal que las partículas expelidas por estas son dióxido de zirconio estabilizado. La aplicación por aspersión térmica de las esferas huecas crea un revestimiento poroso y desgastable. Sin embargo, el proceso de Longo no logra un elevado grado de uniformidad en su composición.

La patente No 5,418,015 de los Estados Unidos de Jackson y otros divulga una composición de alimentación para aplicaciones de aspersión térmica compuesta por dióxido de zirconio estabilizado mezclado con zircón y un óxido seleccionado para formar un revestimiento de óxido refractario amorfo. Sin embargo dichos productos no tienen el

nivel requerido de tamaño y uniformidad de composición que sería deseable para obtener buenas composiciones de revestimiento térmico de barrera para aplicaciones de altas temperaturas. Lo anterior se debe, al menos en parte, a que hay muchas posibilidades de variabilidad en el revestimiento como resultado de los distintos tamaños de partículas en la alimentación, en el diseño/forma de las pistolas de revestimiento a la llama o con plasma, a las presiones de las velocidades de alimentación y similares.

Otro método de producir dióxido de zirconio estabilizado comprende la sinterización, en esta los componentes son mezclados como polvos, sinterizados y una vez enfriados, la masa sinterizada es desintegrada en partículas. Estas partículas pueden servir como alimentación para dispositivos de revestimiento a la llama. Infortunadamente este proceso no asegura un alto nivel de homogeneidad química en la estabilización y produce una gran variedad de formas y tamaños en las partículas de alimentación.

Las mezclas cerámicas, tales como el dióxido de zirconio estabilizado, también pueden ser hechas por electrofusión. Las mezclas fusionadas son mucho más uniformes que las preparadas con los métodos mencionados anteriormente debido a que estas se producen por la fundición completa de los componentes. Sin embargo, los componentes son difíciles de fundir y tienen deficientes características de flujo debido a su alta densidad y a las formas irregulares generadas cuando se trituran las masas fundidas para obtener las partículas. Por consiguiente, los polvos de dióxido de zirconio estabilizado hechos por electrofusión que están actualmente disponibles contienen un grado elevado de material no fundido durante el proceso de aplicación por aspersión, lo que produce bajas eficiencias y revestimientos con un alto contenido de dichas partículas de material no fundido. Las partículas no fundidas crean tensiones en el revestimiento debido a la densidad variable del revestimiento en y

101
107

alrededor de las partículas no fundidas. Como resultado de lo anterior, la duración del revestimiento obtenido es ve disminuida particularmente en condiciones de esfuerzo.

No obstante el estado de la tecnología, sería deseable obtener un polvo cerámico que tenga un alto nivel de uniformidad química y morfológica, el cual a su vez proporcione un revestimiento térmico por aspersión durable.

RESUMEN DE LA INVENCION

En un primer aspecto, la presente invención está dirigida a un polvo de dióxido de zirconio adaptado particularmente para ser usado como un revestimiento térmico de barrera que comprende dióxido de zirconio estabilizado morfológica y químicamente uniforme en forma de esferas huecas sustancialmente globulizadas.

El dióxido de zirconio es químicamente uniforme y esto significa que el dióxido de zirconio es al menos 90% puro y al menos el 96% en peso está estabilizado en la fase cristalina tetragonal. El dióxido de zirconio es también morfológicamente uniforme y esto significa que al menos el 95% en volumen del dióxido de zirconio tiene forma de esferas con un tamaño de partícula inferior a los 200 micrómetros. Las esferas pueden ser algo deformes pero son identificables más como esferas que como formas aleatorias. Las esferas son preferiblemente al menos 75% esferas huecas. En una modalidad preferida un dióxido de zirconio estabilizado y químicamente uniforme es sometido a tratamiento térmico por medio de fusión con plasma para obtener la forma esencialmente esferoidal o globular. Preferiblemente, el dióxido de zirconio estabilizado contiene menos del 1,0% en peso de dióxido de zirconio monoclinico.

En un aspecto preferido, la presente invención está dirigida a una composición aspersable térmicamente que

comprende esferas huecas de dióxido de zirconio estabilizado con óxido de itrio. Las esferas huecas tienen un tamaño de partícula menor a los 200 micrómetros, en donde el óxido de itrio se incorpora uniformemente dentro del dióxido de zirconio por electrofusión con anterioridad a la formación de las esferas huecas. Preferiblemente, el dióxido de zirconio contiene menos del 2% en peso de dióxido de zirconio monoclinico. Las esferas huecas se forman preferiblemente por medio de fusión con plasma.

En otro aspecto, la presente invención está dirigida a un proceso para producir polvo cerámico globulizado que comprende las etapas de: proporcionar un dióxido de zirconio estabilizado, químicamente uniforme; y someter a tratamiento térmico el dióxido de zirconio para formar esferas sustancialmente huecas a partir de este con una uniformidad morfológica. Preferiblemente, el material cerámico estabilizado comprende dióxido de zirconio estabilizado en la fase cristalina tetragonal y contiene menos del 2% en peso de dióxido de zirconio monoclinico. El dióxido de zirconio estabilizado se produce preferiblemente por electrofusión de dióxido de zirconio y de un óxido estabilizador. Preferiblemente, el tratamiento térmico sucede dentro de una pistola de revestimiento a la llama o de una pistola de revestimiento con plasma. El proceso puede incluir adicionalmente la etapa de triturar los materiales cerámicos estabilizados con anterioridad al tratamiento térmico.

En otro aspecto, la presente invención está dirigida a un proceso de producir un revestimiento en polvo aplicable por aspersión térmica que comprende las etapas de: proporcionar un material de alimentación de dióxido de zirconio en donde al menos el 96% en peso del dióxido de zirconio está estabilizado en una fase cristalina tetragonal; y fusionar con plasma el material de alimentación de dióxido de zirconio para formar esferas sustancialmente huecas a

13
102

partir de este. Preferiblemente, el dióxido de zirconio estabilizado se forma por electrofusión.

La invención también comprende un proceso para la aplicación de un revestimiento térmico de barrera a un sustrato que comprende el revestir por aspersión térmica al sustrato utilizando una composición aplicable por aspersión que comprende dióxido de zirconio, del cual al menos el 90% está estabilizado en la forma tetragonal y tiene una morfología esférica esencialmente uniforme con tamaños de partículas inferiores a 200 micrómetros y más preferiblemente inferiores a 100 micrómetros. Al referirse a los tamaños de partículas, se entiende que la referencia es al volumen del tamaño promedio de las partículas a menos que se deduzca lo contrario por el contexto.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Las Figuras 1 a 4 son exploraciones por líneas de elementos de partículas bien sinterizadas de polvos de dióxido de zirconio estabilizados disponibles en el mercado.

La Figura 5 es una exploración por línea de elementos de una partícula hueca de dióxido de zirconio globulizado fabricada de conformidad con la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA MODALIDAD PREFERIDA

La presente invención está dirigida a un polvo de dióxido de zirconio aplicable por aspersión térmica que tiene una morfología y una composición química muy uniforme. El polvo cerámico aplicable por aspersión térmica tiene preferiblemente una forma globulizada y aún más preferiblemente, las partículas globulizadas son sustancialmente huecas de forma tal que las partículas se funden mas rápidamente para formar ya sea revestimientos

103

densos o revestimientos con porosidad uniforme dependiendo de las condiciones de aspersión. En una modalidad más preferida, el polvo de dióxido de zirconio aplicable por aspersión térmica de la presente invención comprende al menos 90% en volumen de dióxido de zirconio y el dióxido de zirconio está al menos en un 96% en peso estabilizado en la forma tetragonal por un óxido estabilizador. Más preferiblemente, el dióxido de zirconio está al menos en el 98% en peso estabilizado en la forma tetragonal y más preferiblemente, al menos el 99% en peso está estabilizado en la forma tetragonal.

El material de alimentación de dióxido de zirconio utilizado en la presente invención se estabiliza con un óxido estabilizador tal como, mas no limitado a, óxido de itria, óxido de calcio, óxido de cerio, óxido de hafnio, óxido de magnesio, un óxido de metales de tierras raras y combinaciones de estos. Para alcanzar una alta uniformidad química en el material de alimentación de dióxido de zirconio estabilizado, el óxido estabilizador es preferiblemente electrofusionado con el dióxido de zirconio. La cantidad de óxido estabilizador usado puede variar dependiendo de los resultados deseados. Una cantidad suficiente de óxido estabilizador es una cantidad que estabiliza que manera sustancial el dióxido de zirconio en la fase cristalina tetragonal. El óxido estabilizador se encuentra de manera preferible completamente reaccionado con e incorporado dentro de la estructura cristalina del dióxido de zirconio de forma tal que un análisis con rayos X no puede detectar una cantidad significativa (no mas del 4%) de dióxido de zirconio monoclinico. La cantidad del óxido estabilizador presente puede ser de hasta el 10% en peso, sin embargo algunos estabilizadores son efectivos en proporciones más bajas. Por ejemplo, en el caso del dióxido de zirconio estabilizado utilizando óxido de itrio, una cantidad efectiva puede ser del 1% pero puede llegar a ser tan alta como del 20% en peso; para el óxido de magnesio del 2% al 20% en peso es efectiva;

105
104

para el óxido de calcio del 3% al 5% en peso puede ser usada y para un óxido de metales de tierras raras, del 1% al 60% en peso. Se puede usar una mezcla de óxidos estabilizadores.

El óxido estabilizador, preferiblemente óxido de itrio, se fusiona por arco con el dióxido de zirconio a un rango de temperaturas desde 2750° C hasta 2950° C de forma tal que los componentes son totalmente fundidos y dado este se encuentra por encima de la temperatura de transición, el dióxido de zirconio queda en esencia completamente en la fase cristalina tetragonal. Una vez enfriado a temperatura ambiente, el óxido estabilizador mantiene este estado tetragonal, aún por debajo de la temperatura normal de transición. Para mejorar este efecto, el material fundido preferiblemente se enfría rápidamente con agua o aire de forma tal que el flujo fundido se descompone en un flujo de gotas y se enfría para producir finas partículas de dióxido de zirconio estabilizado con una composición química muy homogénea. En la patente No 5,651,925 de los Estados Unidos se divulga un método de apagar el dióxido de zirconio fundido y el óxido estabilizador, en donde la solidificación rápida tiende a estabilizar la forma tetragonal del dióxido de zirconio, la cual se incorpora completamente a la presente por referencia. Preferiblemente, las finas partículas resultantes de dióxido de zirconio estabilizado son sometidas a trituration adicional. Típicamente, las partículas finas son molidas a un tamaño de menos de cerca de 5 micrones, preferiblemente menos de 2 micrones y más preferiblemente cerca de 0,5 micrones. Las finas partículas de dióxido de zirconio estabilizado son luego preferiblemente secadas por pulverización y recolectadas como partículas aglomeradas. Aunque la etapa de aglomeración no es esencial para la práctica de la invención, esta sí proporciona un tamaño más utilizable para tratamientos térmicos adicionales del dióxido de zirconio estabilizado tal como se menciona más adelante.

106
100

Las partículas aglomeradas son adicionalmente tratadas térmicamente para formar a partir de las mismas esferas sustancialmente huecas con una morfología uniforme. Una forma particularmente preferida de tratamiento térmico es un proceso de fusión por plasma en donde las partículas se funden en una llama de plasma y son recolectadas como un polvo fino que tiene un alto grado de uniformidad química y morfológica. Las esferas sustancialmente huecas de dióxido de zirconio estabilizado que se forman contienen preferiblemente menos del 4% en peso y más preferiblemente menos del 2% en peso y más preferible menos del 1% en peso de dióxido de zirconio monoclinico.

Preferiblemente, las esferas sustancialmente huecas tienen un tamaño de partícula menor de 200 micrones, más preferiblemente menor de 100 micrones y más preferible, menor de 75 micrones.

Inesperadamente, las esferas sustancialmente huecas del material de alimentación de dióxido de zirconio estabilizado tienen un alto nivel de uniformidad química y morfológica, en donde el dióxido de zirconio está estabilizado en la fase cristalina tetragonal en al menos el 96%, preferiblemente en al menos el 98% y más preferible en al menos el 99% en peso. Por consiguiente, los polvos globulizados aplicables por aspersión térmica de la presente invención forman revestimientos más estables y duraderos gracias al alto nivel de uniformidad química debida a la electrofusión del dióxido de zirconio y de los óxidos estabilizadores que estabilizan de manera sustancial el dióxido de zirconio. Las partículas globulizadas del dióxido de zirconio estabilizado se funden más fácilmente debido a la morfología de esfera hueca y por la reacción completa del estabilizador con el dióxido de zirconio. Los revestimientos aplicados por aspersión tienen una densidad muy predecible que va desde una alta densidad hasta una porosidad controlada dependiendo de las condiciones de aplicación por aspersión.

103

Para obtener revestimientos aplicables por aspersión térmica de dióxido de zirconio duraderos, es crucial una estabilización uniforme de la fase cristalina tetragonal del dióxido de zirconio. Se ha demostrado que en comparación con polvos de dióxido de zirconio estabilizados con óxido de itrio disponibles en el mercado, el polvo de dióxido de zirconio globulizado de la presente invención muestra una incorporación significativa del óxido de itrio dentro del dióxido de zirconio. La Tabla I ilustra un ejemplo de un polvo de dióxido de zirconio de la presente invención en comparación con polvos de dióxido de zirconio estabilizados disponibles en el mercado en relación con el porcentaje de volumen de cada fase cristalina a través de datos de difracción de rayos-X (XRD)

Tabla I

Ex.	Tet*ZrO ₂ (vol. %)	Mono.ZrO ₂ (vol. %)	Y ₂ O ₃ (vol. %)
PF	100	0.0	- -
PX	88.3	11.7	- -
ST	98.9	1.1	- -
M1	95.6	4.4	- -
M2	89.4	10.6	- -

* Incluye dióxido de zirconio cúbico y tetragonal

PF = Polvo de dióxido de zirconio de la presente invención

PX = PRAXAIR ZRO™ vendido por de Praxair, Inc., Danbury Connecticut

ST = STARK YZ vendido por H.C Stara GMBH.

M1= METCO 204NS-G vendido por Suizer Melco, The Coating Co. Westbury, NY.

M2 = METCO 204 vendido por de Suizer Melco.

Aunque no se detectó concentración de óxido de itrio por difracción de rayos X (XRD) en ninguna de las muestras, la concentración de dióxido de zirconio monoclinico es la que

108
108

determina si el dióxido de zirconio ha sido significativamente estabilizado en la fase cristalina tetragonal. Las exploraciones por líneas de elementos de las partículas de los ejemplos PX, ST, M1 y M2 se ilustran en las Figuras 1 a 4 para determinar la composición de las partículas. En la Figura 1, la exploración por líneas de elementos, de lado a lado, de una partícula bien sinterizada del ejemplo PX muestra que la partícula analizada no tenía una composición uniforme en vista de la línea ondulada que representa el itrio. Por consiguiente, aunque la difracción por rayos X no detectó la presencia de itrio, la exploración por líneas de elementos muestra que el óxido de itrio no fue completamente co-fundido con el dióxido de zirconio y como tal, la composición no es lo suficiente uniforme químicamente. El pico en la línea de silicio corrobora adicionalmente que la partícula tampoco es ni química, ni morfológicamente uniforme. En la Figura 2, la exploración por líneas de elementos de una partícula bien sinterizada del ejemplo ST, de lado a lado, también muestra variaciones en la concentración de itrio y por consiguiente que la partícula no es químicamente uniforme. En la Figura 3, la exploración por líneas de elementos de una partícula bien sinterizada del ejemplo M1, muestra nuevamente variaciones en la concentración de itrio y por consiguiente que la partícula no es químicamente uniforme. En la Figura 4, la exploración por líneas de elementos de una partícula bien sinterizada del ejemplo M2, muestra nuevamente variaciones en la concentración de itrio y por consiguiente que la partícula no es químicamente uniforme.

Por medio de la electrofusión del óxido estabilizador, óxido de itrio, con el dióxido de zirconio, se obtiene un dióxido de zirconio estabilizado que es relativamente uniforme en su composición. El tratamiento adicional térmico, como por fusión con plasma, proporciona la uniformidad morfológica de las esferas sustancialmente huecas. La inesperada uniformidad química y morfológica es claramente

107
108

ilustrada en la exploración por líneas de elementos que se muestra en la Figura 5 de una esfera hueca del ejemplo PF. La línea esencialmente recta que representa al itrio ilustra que ha ocurrido una fundición completa y re-solidificación que proporciona una esfera químicamente uniforme. Asimismo las líneas de los elementos de silicio y hierro esencialmente planas demuestran la uniformidad morfológica de la esfera.

Por consiguiente, aunque los polvos de dióxido de zirconio estabilizado disponibles en el mercado parecen ser similares en apariencia, el polvo de dióxido de zirconio globulizado de la presente invención proporciona una partícula química y morfológicamente más uniforme para aplicaciones de aspersión térmica. La uniformidad química y morfológica a su vez produce revestimientos de aspersión térmica de excepcional durabilidad.

Otras variaciones y modificaciones de la invención básica pueden ser concebidas sin apartarse de los conceptos anteriormente descritos y se busca que todas estas variaciones y modificaciones queden incluidas en una interpretación amplia de esta invención.

113
#13

REIVINDICACIONES

1. Polvo de dióxido de zirconio para aspersión térmica que comprende un dióxido de zirconio estabilizado químicamente uniforme, en donde el dióxido de zirconio está estabilizado al menos en un 96% en peso en la fase cristalina tetragonal, dicho polvo está en forma de partículas esencialmente esféricas que tienen un tamaño de partícula de menos de 200 micrómetros, al menos el 75% de dichas partículas siendo huecas.
2. El polvo de dióxido de zirconio de la reivindicación 1, en donde dichas partículas huecas tienen un tamaño de partícula inferior a 100 micrones.
3. El polvo de dióxido de zirconio de la reivindicación 1, en donde el dióxido de zirconio está estabilizado con un óxido seleccionado del grupo constituido por óxido de itrio, óxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de cerio, óxido de hafnio y óxidos de tierras raras y combinaciones de estos.
4. El polvo de dióxido de zirconio de la reivindicación 1, el cual contiene menos del 1,0% en peso de dióxido de zirconio monoclinico.
5. Un proceso para la producción un pol. térmica químicamente uniforme, que comprende etapas de:
 - a) electrofundir dióxido de zirconio con hasta el 60% en peso de un óxido efectivo para estabilizar el dióxido de zirconio en su fase tetragonal, seleccionado de un grupo consistente en óxido de itrio, óxido de calcio, óxido de cerio, óxido de hafnio, óxido de magnesio, y óxidos de metales de tierras raras, y combinaciones de los mismos.

240000

b) apagar el dióxido de zirconio estabilizado electrofundido;

c) someter a tratamiento térmico el dióxido de zirconio estabilizado.

6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en la cual el óxido estabilizador es óxido de itrio en una cantidad del 1 al 25% en peso.
7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el cual el dióxido de zirconio estabilizado apagado está al menos en un 98% en fase tetragonal.
8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en la cual el dióxido de zirconio estabilizado particulado es aplicado por aspersión térmica para obtener partículas esencialmente esféricas, de las cuales por lo menos la mayoría es hueca con tamaños inferiores a los 100 micrómetros.

AMG\AMG\ID-157438\WPC14496