



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 224 872**

② Número de solicitud: 200301964

⑤ Int. Cl.

B22F 3/12 (2006.01)

B22F 9/04 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

② Fecha de presentación: **08.08.2003**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **01.03.2005**

Fecha de la concesión: **28.06.2006**

⑤ Fecha de anuncio de la concesión: **01.08.2006**

⑤ Fecha de publicación del folleto de la patente:
01.08.2006

⑦ Titular/es: **Universidad de Sevilla
Pabellón de Brasil
Paseo de las Delicias, s/n
41012 Sevilla, ES**

⑧ Inventor/es: **Cintas Físico, Jesús;
Herrera Luque, Enrique Juan y
Rodríguez Ortiz, José Antonio**

⑨ Agente: **No consta**

⑤ Título: **Fabricación de materiales compuestos de base aluminio por mecano-síntesis y consolidación en caliente.**

⑦ Resumen:

Fabricación de materiales compuestos de base aluminio por mecano-síntesis y consolidación en caliente.

La invención permite fabricar piezas de aluminio de alta resistencia mecánica, a partir de polvos, con capacidad para sustituir, en muchos casos, a otros materiales, como el acero, tradicionalmente considerados resistentes. Además, la resistencia a tracción de estas piezas se mantiene en valores elevados para temperaturas superiores a 250°C. Por este motivo, su campo de aplicación es muy extenso, siendo especialmente interesantes cuando la reducción de peso es una de las especificaciones principales, es decir, en la industria aeroespacial, de automoción y del transporte en general. Por otra parte, la invención prevé la fabricación de piezas de aluminio con distintos contenidos de cobre, lo que permite modificar sus propiedades térmicas y eléctricas.

ES 2 224 872 B1

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

DESCRIPCIÓN

Fabricación de materiales compuestos de base aluminio por mecanosíntesis y consolidación en caliente.

5 **Objeto de la invención**

La invención permite fabricar piezas de aluminio de alta resistencia mecánica, a partir de polvos, con capacidad para sustituir, en muchos casos, a otros materiales, como el acero, tradicionalmente considerados resistentes. Además, la resistencia a tracción de estas piezas se mantiene en valores elevados para temperaturas superiores a 250°C. Por este motivo, su campo de aplicación es muy extenso, siendo especialmente interesantes cuando la reducción de peso es una de las especificaciones principales, es decir, en la industria aeroespacial, de automoción y del transporte en general. Por otra parte, la invención prevé la fabricación de piezas de aluminio con distintos contenidos de cobre, lo que permite modificar sus propiedades térmicas y eléctricas.

15 **Estado del arte**

Pese a que el aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre, su aplicación industrial a gran escala se inició en los años 40 del pasado siglo. Y es que, para que el uso de aleaciones de aluminio pueda extenderse a aplicaciones industriales copadas tradicionalmente por materiales féreos, se hace necesario mejorar algunas de sus propiedades. Entre ellas se encuentra la resistencia a tracción, muy por debajo de la proporcionada por aleaciones base hierro. Uno de los principales avances en este sentido se basa en el control microestructural, a través de tratamientos térmicos de envejecimiento, aprovechando el cambio de solubilidad en el aluminio de ciertos elementos de aleación, en función de la temperatura. Como un ejemplo de estas aleaciones cabe destacar las de la serie 2xxx (Al-Cu), en las cuales la aparición de precipitados nanométricos de transición son responsables del endurecimiento del material.

Otra de las más importantes propiedades a mejorar en el aluminio, es la resistencia mecánica a *elevadas* temperaturas, y es que este material deja de ser útil, desde el punto de vista de la resistencia, a temperaturas cercanas a los 100°C. Aleaciones, como las de la serie 2xxx, endurecidas por precipitación, quedan inservibles a temperaturas alrededor de los 200°C, cuando se produce la transformación de las fases coherentes con la matriz, a la fase de equilibrio θ (Al₂Cu). El material se reblandece entonces, y se dice que está sobremadurado o sobreenejecido. Si se quiere mantener un mínimo de resistencia a temperaturas elevadas, se hace necesario que exista en la matriz de aluminio una fase o fases refractarias, de escala nanométrica, termodinámicamente estables y bien distribuidas. Estas últimas aleaciones se denominan *endurecidas por dispersión*.

Un método que permite obtener polvos de aleaciones metálicas endurecidas por dispersión es el aleado mecánico (AM). Esta técnica, documentada, por ejemplo, en las patentes US3591362, US3740210 y US3816080, es un proceso de molienda de alta energía que permite obtener partículas metálicas compuestas (composites), usualmente, con dispersión submicroscópica de compuestos cerámicos en la matriz metálica. El AM puede, en principio, ser aplicado a una variedad de metales, o mezclas de metales, y partículas no metálicas. A su vez, debido a que el aleado mecánico es un proceso en estado sólido, que no precisa de la fusión de los materiales, puede ser empleado para producir aleaciones a partir de componentes inmiscibles en estado líquido o con amplia diferencia entre sus puntos de fusión.

El aluminio aleado mecánicamente (Al AM) es un polvo duro, cuyas partículas están cubiertas por películas de óxidos y/o hidróxidos de aluminio. Esto origina problemas en los procesos de consolidación de los polvos, ya que resulta difícil conseguir un buen contacto directo entre las partículas metálicas propiamente dichas. Por ello, la consolidación se lleva a cabo, normalmente, por complicados procesos de conformación que incluyen, entre otras, una etapa de prensado isostático en caliente (hipping), o que emplean, al menos, una operación con alto grado de deformación plástica en caliente, generalmente extrusión en caliente.

50 **Descripción de la invención**

Esta invención permite obtener polvos compuestos (composites) de base aluminio, con los cuales pueden fabricarse, de un modo sencillo, piezas de alta resistencia (~530 MPa) y suficiente alargamiento (~2%). Además, conservan una buena resistencia a la tracción (~330 MPa) a 260°C, con un incremento del alargamiento (~3.5%). Además, la posibilidad de variar el contenido de cobre, que puede alcanzar hasta un 30% Cu, permite introducir cambios importantes en las propiedades físicas de las piezas obtenidas, en particular, de las eléctricas y térmicas. Esto se traduce en que las piezas fabricadas sean susceptibles de uso en una amplia variedad de aplicaciones.

La molienda mecánica de polvos de base aluminio, mezclados con un pequeño porcentaje de una sustancia lubricante, generalmente grafito o compuestos de carbono, permite obtener polvos de materiales compuestos con una finísima dispersión de compuestos cerámicos, especialmente alúmina y carburo de aluminio. El contenido de dispersoides puede modificarse variando el porcentaje añadido de lubricante. Si la molienda tiene lugar, además, en presencia de sustancias sólidas, líquidas o gaseosas, que contengan nitrógeno en su composición, se puede producir, a su vez, una nitruración en distinto grado, del aluminio (procedimiento pendiente de patente). Para la detección de estos compuestos nitrurados por difracción de rayos X, puede ser necesario un calentamiento posterior del polvo molido.

ES 2 224 872 B1

En el laboratorio de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, de la Escuela Superior de Ingenieros de la Universidad de Sevilla, se ha observado que piezas consolidadas de polvo compuesto reforzado por nitruros, gozan de buenas propiedades mecánicas. Pero, no obstante, estas pueden mejorarse, especialmente la ductilidad, si durante la molienda de los polvos de base aluminio, se adiciona un determinado porcentaje de polvo de cobre. En el polvo molido resultante, el cobre queda homogéneamente distribuido y contribuye a la mejora de las propiedades finales de las piezas consolidadas.

Los polvos preparados siguiendo la vía de esta patente son composites ceramo-metálicos que se obtienen por molienda de alta energía de una mezcla de polvo de base aluminio con polvo de cobre. Este último en un porcentaje de hasta un 30% en peso. En general, cuando se desea una buena combinación de propiedades mecánicas (resistencia a la tracción y alargamiento) el porcentaje de cobre no debe ser superior a un 4% Cu. Sin embargo, el porcentaje de cobre puede ser muy superior al 4%, si lo que se busca es una buena combinación de propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas.

Normalmente, se añade, en la molienda, un cierto porcentaje de un lubricante o agente controlador del proceso, que, generalmente es carbono o un compuesto de este elemento. El porcentaje de lubricante añadido puede cambiar las características granulométricas, de composición química y de dureza de los polvos compuestos obtenidos por molienda. Si la molienda, además, se lleva a cabo en presencia de sustancias o compuestos, sólidos, líquidos o gaseosos, con un contenido en nitrógeno, expresado en átomos por ciento, superior al 2% (procedimiento pendiente de patente), el polvo compuesto obtenido es especialmente duro y presenta, por otra parte, muy buena sinterabilidad.

El polvo compuesto de base aluminio desarrollado en esta invención puede consolidarse para formar piezas sólidas mediante diversos procesos de conformación en caliente, tales como prensado y extrusión, prensado en caliente, sinterización por resistencia eléctrica, etc. Es de destacar que pueden emplearse procedimientos de consolidación muy simples, como es el caso de prensado uniaxial en frío, seguido de sinterización. Dicho procesado, además, permite obtener piezas finales que, generalmente, no requieren de etapas posteriores de mecanizado, con el consiguiente ahorro económico.

Otra variante de la fabricación de piezas a partir del polvo compuesto objeto de esta patente, o de cualquier polvo composite de base aluminio obtenido por otros procedimientos, consiste en la mezcla del polvo composite de base aluminio con un cierto porcentaje de polvo de cobre, como etapa previa al procesado de consolidación propiamente dicho. El porcentaje de polvo de cobre mezclado puede abarcar un amplio rango, dependiendo del uso de la pieza a fabricar, pero el contenido total de cobre no debe ser superior al 30%.

Las piezas consolidadas, siguiendo los dos procedimientos esbozados (molienda de polvo de aluminio y cobre, o bien mezcla de polvo de cobre con aluminio previamente molido) poseen una alta densificación, siendo la porosidad residual despreciable.

Las piezas fabricadas, a partir del polvo de aluminio molido con polvo de cobre, estando presente, además, una sustancia o compuesto con un contenido en nitrógeno superior a 2 átomos %, tienen muy buenas características mecánicas. Así, las propiedades a tracción son muy superiores a las de las aleaciones pulvimetalúrgicas (PM) comerciales de base aluminio más comunes,^[1] e incluso superiores a las de las aleaciones convencionales de aluminio para moldeo.^[2] En la Tabla 1 se recogen las propiedades a tracción de varias de las mejores aleaciones incluidas en las referencias^[1] y ^[2]. Los valores de resistencia y alargamiento de los materiales objeto de esta patente, designados como Al-NCu, recogidos en la Tabla 1, corresponden a piezas fabricadas según las condiciones expuestas en el apartado Un ejemplo de fabricación, indicado más adelante.

TABLA 1

Resistencias y alargamientos del material desarrollado en la invención (Al-NCu), aleaciones PM de aluminio, y aleaciones normalizadas de aluminio para moldeo

	Aleación	Resistencia, MPa	Alargamiento, %
Aleación desarrollada	Al-NCu	540	2
Aleaciones PM	601 AB-T6	238	2
	602AB-T6	186	3
	201 AB-T6	332	2
	202AB-T8	280	3

ES 2 224 872 B1

TABLA 1 (continuación)

	Aleación	Resistencia, MPa	Alargamiento, %	
5	Para moldeo en arena	EN AC-21100-T6	300	3
		EN AC-42200-T6	250	1
10		EN AC-43300-T6	230	2
		EN AC-45300-T6	230	<1
15	Para moldeo en coquilla	EN AC-21100-T6	330	7
		EN AC-42200-T6	240	3
		EN AC-43300-T6	290	4
20		EN AC-45300-T6	280	<1

Si las propiedades a tracción se comparan con las de aleaciones convencionales de aluminio para forja^[3], Tabla 2, las aleaciones Al-NCu preparadas, según esta invención, también son más resistentes. Y esto pese a que las aleaciones comerciales para forja son ricas en elementos de aleación y, además, se han sometido a tratamientos térmicos de envejecimiento. Es destacable el buen comportamiento mecánico de la aleación 7075-T6, con 510 MPa de resistencia a la tracción y un 7% de alargamiento. Esta aleación supera en alargamiento, aunque no en resistencia, a la aleación objeto de esta invención (Al-NCu).

TABLA 2

Resistencias y alargamientos del material desarrollado en la invención (Al-NCu), y aleaciones normalizadas de aluminio para forja

	Aleación	Resistencia, MPa	Alargamiento, %
35	Al-NCu	540	2
	EN AW-2014-T6	440	6
40	EN AW-2024-T4	420	8
	EN AW-6082-T6	310	6
45	EN AW-7075-T73	455	6
	EN AW-7075-T6	510	7

No obstante, hay que tener en cuenta que la resistencia mecánica de las aleaciones de aluminio endurecidas por envejecimiento experimenta una fuerte disminución cuando trabajan a temperatura. Si el ensayo de tracción se realiza a 260°C, la resistencia a tracción de la aleación Al-NCu es de 330 MPa, y, además, la ductilidad no sólo no disminuye, sino que aumenta del 2 al 3.5%. A título de ejemplo, y para resaltar el interés de estos resultados, basta compararlos con los de las aleaciones de aluminio convencionales para forja^[4] recogidos en la Tabla 3. La aleación con mejor comportamiento a temperatura, 2219-T81, la resistencia a 260°C es de 200 MPa, siendo la resistencia a temperatura ambiente de 455 MPa. Muy lejos, por tanto, de los 330 MPa alcanzados por las piezas Al-NCu. Es significativo el caso de la aleación de alta resistencia 7075-T6, que, a temperatura ambiente, tiene una resistencia a la tracción de 510 MPa, que es muy cercana a la del material Al-NCu (540 MPa). Sin embargo, en el ensayo de tracción en caliente, a 260°C, la diferencia entre ambos materiales se amplía notablemente, ya que en la aleación 7075-T6 la resistencia es de sólo 75 MPa, mientras que la Al-NCu posee una resistencia a la tracción de 330 MPa.

ES 2 224 872 B1

TABLA 3

Resistencias a tracción, en MPa, a 25 y 260°C, de la aleación Al-NCu, y de aleaciones de aluminio para forja

Aleación	25°C	260°C
Al-NCu	540	330
2014-T6	483	66
2024-T6	475	75
2219-T62	400	185
2219-T81	455	200
2618-T61	440	90
7075-T6	510	75

Por tanto, las aleaciones de aluminio fabricadas según esta invención, tienen una serie de ventajas que pueden resumirse en:

- Baja densidad. Debido a que la cantidad de cobre que es necesario añadir es, en general, muy pequeña, la densidad del material es similar a la del aluminio elemental (2.7 g/cm^3).
- Sencillez del procesado. Para consolidar el polvo, puede bastar, en general, con un prensado en frío seguido de sinterización. De este modo se simplifica la consolidación de los polvos compuestos de base aluminio que, normalmente, se consolidan por complicados procesos, que incluyen una etapa de deformación en caliente.
- No precisan de tratamientos térmicos de envejecimiento, que, normalmente, son requeridos para el endurecimiento de las aleaciones convencionales de aluminio.
- Alta resistencia a elevada temperatura, suministrada por una fina dispersión de partículas cerámicas.
- Una buena conductividad térmica y eléctrica, dependiendo del porcentaje de cobre añadido.

Un ejemplo de realización práctica

El ejemplo que sigue es solamente una ilustración de las distintas posibilidades de obtener piezas de materiales compuestos de base aluminio, de alta resistencia, tanto a temperatura ambiente, como a elevada temperatura, a partir de polvos.

El procesado primario de obtención del polvo de material compuesto de base aluminio se realiza por molienda en un molino de alta energía. Se coloca en el molino una mezcla formada por un 96.5% de polvo de aluminio elemental, un 0.5% de polvo de Cu y un 3% de cera EBS (etilen-bis-estearamida) en polvo. Todos estos porcentajes están expresados en % en peso. La cera EBS actúa como lubricante o agente controlador del proceso de molienda. Las características mecánicas del polvo obtenido pueden modificarse cambiando el porcentaje de EBS añadido.

Tras extraer el aire del interior del molino, mediante un equipo de vacío, se llena con amoníaco en estado gaseoso con una sobrepresión, sobre la atmosférica, de $3 \times 10^4 \text{ Pa}$ (0.3 bar), y se realiza la molienda de los polvos. Las condiciones de molienda se resumen en la Tabla 4. Estos valores tienen sólo un valor orientativo, ya que el polvo puede fabricarse empleando otras condiciones de molienda, incluido otro tipo de molino de alta energía.

ES 2 224 872 B1

TABLA 4

Condiciones orientativas de molienda del polvo

5	Tipo de molino	Atritor vertical
	Razón de carga = masa bolas/masa polvo	50:1
10	Bolas empleadas	Acero
	Velocidad del rotor, rpm.	500
	Refrigeración, °C	Agua a 28°C
15	Tiempo de molienda, h	5

20 El polvo molido se consolida mediante prensado uniaxial en frío, a 850 MPa, y sinterización, en vacío de 5 Pa, a 650°C durante 1 hora. La buena sinterabilidad de los polvos y la formación de una fase líquida durante la sinterización permiten consolidarlos por diversos procesos de conformación en caliente, tal como prensado y extrusión en caliente, prensado en caliente, sinterización por resistencia eléctrica, etc.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de obtención de polvo compuesto de base aluminio por molienda de una mezcla de polvo de base aluminio y polvo de cobre, siendo el porcentaje de este último no superior al 30% en peso de total.
- 10 2. Procedimiento de obtención de polvo compuesto de base aluminio según la reivindicación 1, **caracterizado** porque, además de los polvos de base aluminio y cobre, pueden añadirse, para la molienda, otros elementos químicos o compuestos.
- 15 3. Procedimiento de obtención de polvo compuesto de base aluminio según las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado** porque la molienda se realiza en atmósfera de amoníaco, bien confinado o en flujo.
- 20 4. Procedimiento de obtención de polvo compuesto de base aluminio según reivindicaciones 1-3, **caracterizado** porque el amoníaco presente en la molienda puede sustituirse por sustancias sólidas, líquidas o gaseosas, cuyo contenido de nitrógeno, expresado en átomos por ciento, sea superior al 2%.
- 25 5. Procedimiento de obtención de polvo compuesto de base aluminio según reivindicaciones 1-4, **caracterizado** porque puede añadirse, además, un agente controlador del proceso de molienda, tal como, por ejemplo, la cera EBS (etilen-bis-esteramida).
- 30 6. Polvos compuestos de base aluminio, **caracterizados** porque se obtienen con el procedimiento descrito en las reivindicaciones 1-5.
- 35 7. Piezas fabricadas a partir de los polvos compuestos de base aluminio obtenidos según la reivindicación 6, **caracterizadas** porque se obtienen tras someter los polvos compuestos a un proceso de conformación en caliente tal como prensado en frío y sinterización, prensado y extrusión en caliente, prensado en caliente, sinterización por resistencia eléctrica, etc.
- 40 8. Procedimiento de fabricación de piezas a partir de polvos compuestos de base aluminio, obtenidos según la reivindicación 6 o por cualquier otro método, **caracterizado** porque el polvo compuesto se mezcla con polvo de cobre, siendo el contenido final de cobre inferior al 30% en peso, previamente al procesado de consolidación. El procesado de consolidación propiamente dicho se realiza mediante conformación en caliente, tal como prensado en frío y sinterización, prensado y extrusión en caliente, prensado en caliente, sinterización por resistencia eléctrica, etc.
- 45 9. Piezas de materiales compuestos de base aluminio fabricadas según la reivindicación 8.
- 50
- 55
- 60
- 65

ES 2 224 872 B1

- ¹ ASM Metal Handbook, ed. ASM International, vol 7, p. 741-742, (1990).
- ² UNE-EN 1706 “Aluminio y aleaciones de aluminio. Piezas moldeadas. Composición química y características mecánicas”, ed. AENOR, diciembre 1998.
- ³ UNE-EN 586-2. “Piezas forjadas de aluminio y aleaciones de aluminio. Parte 2: Propiedades mecánicas y otras propiedades exigidas”, ed. AENOR, septiembre 1995.
- ⁴ ASM Metal Handbook, ed. ASM International, vol 2, p. 26, 56, (1990).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 224 872

② N° de solicitud: 200301964

③ Fecha de presentación de la solicitud: **08.08.2003**

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.7: B22F 3/12, 9/04

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	EP 749791 A (COM. ENERGIE ATOMIQUE) 27.12.1996, reivindicaciones 1-3.	1-9
A	EP 436952 A (SHOWA DENKO K.K.) 17.07.1991, reivindicación 1.	1-9
A	US 5304343 A (MIURA et al.) 19.04.1994, ejemplos.	1-9

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

01.02.2005

Examinador

J. García-Cernuda Gallardo

Página

1/1