

|                        |                                    |        |
|------------------------|------------------------------------|--------|
| (19) ES (11) (21) (22) | NUMERO<br>296763                   | (10) Y |
|                        | FECHA DE PRESENTACION<br>4.10.1985 |        |



ESPAÑA

MODELO DE UTILIDAD

16 ENE. 1988

|   |  |   |           |
|---|--|---|-----------|
| (30) PRIORIDADES:<br>(31) NUMERO  |  | (32) FECHA  | (33) PAIS |
| (47) FECHA DE PUBLICIDAD  |  | (51) CLASIFICACION INTERNACIONAL<br>B30B 11/22, B21C 3/18 |           |
| (54) TITULO DE LA INVENCION<br>"UNA MATRIZ DE EXTRUSION PARA EXTRUIR VARILLAS A BASE DE MATERIALES METALICOS EN FORMA DE POLVO" |  |   |           |
| (71) SOLICITANTE (S)<br>EXXON RESEARCH AND ENGINEERING COMPANY  |  |   |           |
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE<br>Florham Park, Nueva Jersey 07932, EE.UU.   |  |   |           |
| (72) INVENTOR (ES)<br>Michael John Luton  |  |   |           |
| (73) TITULAR (ES)   |  |   |           |
| (74) REPRESENTANTE<br>DON FERNANDO DE ELIZABURU MARQUEZ   |  |   |           |

(P.- 91.174)

La presente invención se refiere a una matriz de extrusión para producir productos metálicos reforzados por dispersión y extruidos, sustancialmente libres de textura. También se describe la extrusión de un tocho de material de polvo metálico reforzado por dispersión de grano fino a través de una matriz que tiene un contorno interno tal que el material se somete a un régimen natural de deformación que es sustancialmente constante mientras pasa a través de la matriz.

FUNDAMENTO DE LA INVENCION

Cuando se extruyen materiales metálicos, la deformación inducida en el material es generalmente grande, típicamente 2 a 4. Cuando el material metálico es policristalino y se somete a tales grandes deformaciones, adopta una textura de deformación en la que los granos del material se orientan de modo tal que las direcciones cristalográficas particulares se alinean paralelas a la dirección de trabajo. Tales texturas se pueden modificar por subsiguiente trabajo y tratamiento por calor, pero el material raramente vuelve a recuperar una orientación al azar de los cristalitos. En tanto en cuanto la orientación de los cristales influye tanto en la direccionabilidad de las propiedades físicas de los materiales en bruto como en la respuesta a los procedimientos de modificación microestructural, tales como recristalización y crecimiento de grano, existe una necesidad de desarrollar métodos para extruir materiales metálicos de modo que el producto extruido esté sustancialmente libre de textura.

RESUMEN DE LA INVENCION

Según la presente invención se proporcionan productos metálicos reforzados por dispersión y extruidos que están sustancialmente libres de textura.

5 En realizaciones preferidas de la presente invención el producto extruido comprende (a) uno o más metales seleccionados de entre los metales de alto punto de fusión tales como itrio, silicio y los de los grupos IV<sup>A</sup>, V<sup>A</sup>, VI<sup>A</sup>, y VIII o los metales de bajo punto de fusión tales como los de los grupos I<sup>B</sup>, II<sup>B</sup> (excepto Hg), III<sup>B</sup> (excepto itrio), 10 V<sup>B</sup>, II<sup>A</sup>, III<sup>A</sup> (excepto boro), y IV<sup>A</sup> (excepto silicio) de la tabla periódica de los elementos, y (b) uno o más compuestos refractarios seleccionados de entre el grupo consistente en óxidos, carburos, nitruros y boruros refractarios. En otras realizaciones preferidas de la presente invención el constituyente metálico está basado en hierro, níquel, o cobalto y el compuesto refractario es itria ó  $5Al_2O_3 \cdot 3Y_2O_3$ .

15 La producción de tales materiales se efectúa extruyendo un tocho de material de polvo metálico reforzado por dispersión que comprende uno o más metales y uno o más compuestos refractarios, teniendo dicho material en polvo un tamaño de grano medio menor que aproximadamente 5 micrómetros y cuyo tamaño de grano es sustancialmente estable en las condiciones de extrusión, a través de una 25 matriz que tiene un contorno interno tal que el material se somete a un régimen natural de deformación que es sustancialmente constante mientras pasa a través de la matriz.

30

Tal matriz tendrá un contorno interno tal que el área de la sección transversal del material a medida que pasa a través de la matriz se ajusta sustancialmente a la fórmula:

$$A = \frac{A_0}{\left[ 1 + \frac{\dot{\epsilon}}{v} x \right]}$$

en donde A es el área de la sección transversal en cualquier punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;

$A_0$  es el área de la sección transversal del tocho;

$\dot{\epsilon}$  es el régimen natural de deformación; y

v es la velocidad del pistón de la prensa de extrusión.

En una realización preferida de la presente invención para producir los productos aquí citados, el material se extruye en una varilla a través de una matriz cuyo contorno interno se ajusta sustancialmente a la fórmula:

$$R = \sqrt{\frac{R_0}{\left[ 1 + \dot{\epsilon}/v x \right]}}$$

en donde R es el radio del contorno interno de la matriz en cualquier punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;

$\dot{\epsilon}$  es el régimen natural de deformación;

v es la velocidad del pistón de la prensa de extrusión; y

$R_0$  es el radio del tocho.

El contorno interno de tal matriz se ajustará sustancialmente a la fórmula:

$$R = \frac{1}{R^2} = \frac{1}{R_0^2} + Ax$$

en donde R es el radio del contorno interno de la matriz en cualquier punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;

$R_0$  es el radio del tocho; y

A es una constante arbitraria.

En otra realización preferida, el material se extruye en una forma tubular a través de una matriz cuyo contorno interno se ajusta sustancialmente a la fórmula:

$$R = R_0 \left[ \frac{1 + \frac{R_0}{r_0} \frac{\dot{\epsilon}}{v} x}{1 + \frac{\dot{\epsilon}}{v} x} \right]^{1/2}$$

en donde R es el radio del contorno interno de la matriz en cualquier punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;

$\dot{\epsilon}$  es el régimen natural de deformación;

v es la velocidad del pistón de la prensa de extrusión;

$R_0$  es el radio exterior del tocho; y

$r_0$  es el radio del mandril.

El contorno interno de tal matriz para extruir formas tubulares se ajustará también sustancialmente a la fórmula:

$$\frac{1}{R^2} = \frac{(1+Bx)}{(R_0^2 + R_m^2 Bx)}$$

en donde R es el radio del contorno interno de la matriz en cualquier punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;

$R_0$  es el radio del tocho;

$R_m$  es el radio del mandril; y  
B es una constante arbitraria.

#### BREVE DISCUSION DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es una vista en perspectiva de la sección de una matriz utilizada para extruir varillas según la presente invención.

La figura 2 es una vista en sección transversal de una matriz utilizada en la presente invención para extruir varillas en la que se ilustra el contorno interno de la matriz.

La figura 3 es una vista en sección transversal de una matriz de la técnica anterior que se usa convencionalmente para extruir material de polvo metálico reforzado en varillas.

La figura 4 muestra una vista parcial en sección transversal de un aparato de extrusión para extruir varillas según la presente invención.

La figura 5 es una vista parcial en sección transversal de un aparato de extrusión para extruir tubos según la presente invención.

La figura 6 es una gráfica logarítmica de la presión de flujo frente al régimen de deformación a diversas temperaturas de una aleación reforzada por dispersión de óxido a base de hierro denominada MA956 y que tiene un tamaño de grano medio de aproximadamente un micrómetro.

La figura 7 es una gráfica logarítmica de la presión de flujo frente al régimen de deformación a diversas temperaturas de una aleación reforzada por dispersión de óxido a base de hierro denominada MA956 con un tamaño de grano medio de aproximadamente ocho micrómetros.

La figura 8 es una gráfica logarítmica del régimen crítico de deformación frente al tamaño de grano para material MA956.

La figura 9 es una gráfica logarítmica del régimen crítico de deformación frente a la temperatura para material MA956 que ilustra cómo se pueden establecer el régimen crítico de deformación y la temperatura para cualquier material con tamaño de grano dado.

La figura 10 es una figura polar estándar  $\langle 110 \rangle$  obtenida a partir de material MA956 con un tamaño de grano medio de aproximadamente  $2 \mu\text{m}$  y extruido a través de una matriz de la técnica anterior a un régimen de  $75 \text{ mm/s}$  tras ser precalentado a  $1270^\circ\text{C}$ .

Las figuras 11a y 11b son figuras polares estándar  $\langle 110 \rangle$  obtenidas a partir de material MA956 con un tamaño de grano medio de aproximadamente  $2 \mu\text{m}$  y extruido a través de una matriz para extruir varillas según la presente invención, a un régimen de  $250 \text{ mm/s}$  tras ser precalentado a  $1270^\circ\text{C}$ . La figura 11a se obtuvo a partir de una sección del material cortada en paralelo (plano transversal) al eje de extrusión. La figura 11b se obtuvo a partir de una sección cortada en perpendicular (plano axial) al eje de extrusión.

Las figuras 12a y 12b son figuras polares estándar  $\langle 110 \rangle$  obtenidas a partir de material MA956 con un tamaño de grano medio de aproximadamente  $2 \mu\text{m}$  y extruido a través de una matriz para extruir varillas según la presente invención, a un régimen de  $75 \text{ mm/s}$  tras ser precalentado a  $1270^\circ\text{C}$ . La figura 12a se obtuvo a partir de una sec-

ción del material cortada en paralelo al eje de extrusión y la figura 12b se obtuvo a partir de una sección cortada en perpendicular al eje de extrusión.

#### DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

5            Los materiales metálicos que pueden extruirse según la presente invención son materiales reforzados por dispersión que se preparan por técnicas pulvimetalúrgicas y que tienen un tamaño de grano medio sustancialmente uniforme menor que aproximadamente 5 micrómetros, preferiblemente menor que aproximadamente 2 micrómetros, más preferiblemente menor que aproximadamente 1 micrómetro. Para los fines de la presente invención, no hay restricciones con respecto al tipo de material metálico o técnica pulvimetalúrgica utilizados para producir los polvos aquí empleados, en tanto en cuanto el material tenga un tamaño de grano medio menor que aproximadamente 5 micrómetros y que el tamaño de grano sea sustancialmente estable a la temperatura de extrusión aquí empleada. El tamaño de grano preciso aquí requerido es función del material extruido y puede determinarse fácilmente por un experto normal en la técnica con las enseñanzas que aquí se dan.

10

15

20

25            Una consecuencia del tratamiento de pulvimetalurgia para la producción de material en bruto, es que tras la consolidación, puede a veces inducirse a que el tamaño de grano medio del material sea menor que aproximadamente 5 ó incluso 2 micrómetros. Tales materiales de grano fino tienen una "ventana" de régimen de deformación y temperatura en la que el material responde con aumentada plasticidad a la imposición de la deformación. Es decir, el material es capaz de soportar alargamientos relativamente gran-

des (mayores que el 100%) en tensión y tiene la capacidad de fluir plásticamente a un nivel de presión mucho menor que los mismos materiales que tienen granos gruesos en la misma ventana de régimen de deformación y temperatura. Aunque no se desea que esté limitado por la teoría, se cree que este estado resulta de la alta sensibilidad al régimen de deformación de los micromecanismos de flujo en el material de grano fino, fomentando por tanto estabilidad plástica. Los micromecanismos de flujo fomentan también una orientación al azar de los granos individuales en el material de modo que no se desarrolla textura de deformación significativa. Esto tiene el efecto de favorecer las propiedades físicas isotrópicas. La alta sensibilidad al flujo de deformación bajo tales condiciones favorece también uniformidad de flujo en deformación forzada tal como extrusión, desmodelado y forjado en matriz cerrada.

Desafortunadamente, la ventana de régimen de deformación y temperatura para tales materiales, incluso los materiales de grano fino, es muy estrecha. Durante la extrusión con matrices cónicas o planas convencionales, el régimen de deformación varía continuamente hasta dos o más órdenes de magnitud mientras el material pasa a través de la matriz. Como resultado, no es posible extruir tales materiales con tales matrices convencionales bajo las condiciones requeridas para plasticidad aumentada porque el régimen de deformación no puede mantenerse suficientemente constante a la temperatura de extrusión.

Usando las matrices de la presente invención, tales materiales pueden extruirse de modo tal que el producto extruido esté sustancialmente libre de textura. El término

sustancialmente libre de textura como se usa aquí significa  
 que el material extruido está sustancialmente libre de  
 orientación cristalográfica preferida. Otro modo de expre-  
 sar ésto es que cuando se obtiene una figura polar a partir  
 del material sustancialmente libre de textura, ninguna re-  
 gión de la figura polar mostraría una densidad polar mayor  
 que aproximadamente 10 veces que la que se obtendría a par-  
 tir de una muestra orientada al azar, más preferiblemente  
 no más de aproximadamente 5 veces, y más preferiblemente no  
 más de aproximadamente 3 veces. Esto convierte el material  
 en isótropo, es decir, que tiene sustancialmente las mismas  
 propiedades mecánicas y físicas en todas las direcciones.  
 Es posible obtener tal material mediante la realización de  
 esta invención ya que el contorno interno de la matriz es  
 tal que cambia continuamente en la zona de la matriz de tal  
 manera que haga que el material que es extruido a través  
 de la matriz, se ajuste sustancialmente a la fórmula:

$$A = \frac{A_0}{[1 + \frac{\dot{\epsilon}}{v} x]}$$

en donde A es el área de la sección transversal en cualquier  
 punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de  
 la matriz desde el plano de entrada de la matriz;  
 A<sub>0</sub> es el área de sección transversal del tocho;  
 $\dot{\epsilon}$  es el régimen natural de deformación; y  
 v es la velocidad del pistón de la prensa de extrusión.

Tipos de materiales metálicos que son de interés  
 en la realización de la presente invención son los materia-  
 les reforzados por dispersión en los que está presente una  
 fase dura con uno o más metales. Se prefieren aleaciones  
 que contienen dos o más metales. El término aleaciones re-

forzadas por dispersión, como se usa aquí, significa aquellas aleaciones en las que los polvos metálicos están reforzados con fases duras, denominados algunas veces en lo que sigue dispersoide o fase dispersoide, tales como óxidos, carburos, nitruros y boruros refractarios y similares.

El dispersoide de las aleaciones reforzadas por dispersión que pueden extruirse según la presente invención, puede ser óxidos refractarios, carburos, nitruros y boruros y similares, de metales refractarios tales como torio, zirconio, hafnio y titanio. Óxidos refractarios apropiados para usar aquí son generalmente óxidos de aquellos metales cuya energía libre negativa de formación del óxido por átomo-gramo de oxígeno a aproximadamente 25°C es al menos aproximadamente 90.000 calorías y cuyo punto de fusión es al menos aproximadamente 1300°C. Tales óxidos, distintos de los listados anteriormente, incluyen óxidos de silicio, aluminio, itrio, cerio, uranio, magnesio, calcio, berilio y similares. También están incluidos los siguientes óxidos mixtos de aluminio e itrio:  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{Y}_2\text{O}_3$  (YAP),  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Y}_2\text{O}_3$  (YAM), y  $5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{Y}_2\text{O}_3$  (YAG). Óxidos preferidos incluyen toria, itria y (YAG), más preferiblemente son itria y YAG, y el más preferido es YAG.

La cantidad de dispersoide empleada aquí requiere ser sólo tal que proporcione las características de reforzamiento deseadas en un producto de aleación dado. Cantidades mayores de dispersoide proporcionan generalmente mayor reforzamiento, pero cantidades continuamente en aumento pueden conducir a un menor reforzamiento. Generalmente, la cantidad de dispersoide empleada puede variar desde aproximadamente 0,5 a 25 % en volumen, más preferiblemente apro-

ximadamente 0,5 a 10% en volumen, más preferiblemente aproximadamente 0,5 a 5% en volumen.

Aunque los materiales extruidos aquí pueden contener uno o más de cualquier metal, se prefiere que contengan al menos un metal seleccionado de entre los metales de alto punto de fusión tales como itrio, silicio y los de los grupos IVb, Vb, VIb y VIII o los metales de menor punto de fusión tales como los de los grupos Ib, IIb (excepto Hg), IIIb, Va, IIa, IIIa, IVa de la tabla periódica de los elementos. Los grupos preferidos son el VIII y el IIIa, más preferidos son hierro, níquel y aluminio. La tabla periódica de los elementos que aquí se refiere es la mostrada en el interior de la portada de The Handbook of Chemistry and Physics, 55ª edición (1974-1975), CRC Press. Aleaciones de particular interés para la realización de la presente invención son las aleaciones de alta temperatura que contienen, en peso, hasta el 65%, preferiblemente aproximadamente 5% a 30% de cromo; hasta 8%, preferiblemente aproximadamente 0,5% a 6,5% de aluminio; hasta aproximadamente 8%, preferiblemente aproximadamente 0,5% a 6,5% de titanio; hasta aproximadamente 50% de molibdeno; hasta aproximadamente 20% de niobio; hasta aproximadamente 30% de tántalo; hasta aproximadamente 40% de cobre; hasta aproximadamente 2% de vanadio; hasta aproximadamente 15% de manganeso; hasta aproximadamente 2% de carbono; hasta aproximadamente 1% de silicio; hasta aproximadamente 1% de boro; hasta aproximadamente 2% de zirconio; hasta aproximadamente 0,5% de magnesio; y siendo el resto uno o más de los metales seleccionados de entre el grupo consistente en hierro, níquel y cobalto en una cantidad que es al menos aproximadamente 25%.

Ejemplos no limitantes de métodos para producir los polvos metálicos reforzados por dispersión incluyen atomización, reducción química, triturado mecánico, electrolisis y técnicas de solidificación rápida. Los polvos resultantes pueden entonces alearse por una cualquiera de las técnicas de aleación siguientes: (a) aleación mecánica, en el que los polvos de metal y las partículas de dispersoide se mezclan y se deforman por energía mecánica tal como molienda con bolas para conseguir una distribución de constituyentes en cada partícula de polvo compuesto individual; (b) infiltración, en la que se hace penetrar un líquido de una composición en los poros de un comprimido de una composición diferente; (c) reducción de partículas de óxido finamente divididas para lograr un polvo de aleación relativamente homogéneo. Tras subsiguiente tratamiento por calor del material aleado, la microestructura de las partículas de polvo compuesto individuales adecuadas para su uso en esta invención deben estar compuestas de granos individuales con un tamaño de grano medio de menos que aproximadamente 5 micrómetros.

El polvo compuesto sustancialmente homogéneo resultante se conforma entonces en tochos por cualquier medio convencional apropiado. El tocho se trabaja seguidamente por calor por técnicas tales como forjado, recaladura, laminado, o prensado isostático en caliente para consolidar el polvo antes de la extrusión.

La figura 1 muestra una vista en perspectiva de la sección de una matriz para extruir varillas de la presente invención 10 y la figura 2 muestra una vista de la sección transversal de la misma matriz. El contorno del pa-

so interno 14 se ajusta sustancialmente a la fórmula

$$\frac{1}{R^2} = \frac{1}{R_0} + AX$$

5 i) Para una relación de extrusión deseada dada, E, donde E es igual a la relación del área de la sección transversal del tocho al área de la sección transversal de la varilla extruida, la longitud L, del canal convergente de la matriz está dada por:

$$L = \frac{(E - 1)}{A R_0^2}$$

10 ii) Para una velocidad de pistón dada, v, el régimen verdadero de deformación impuesto al material, que pasa a través de la matriz está dado por:

$$\dot{\epsilon} = A v R_0^2$$

15 cuyas variables se han identificado previamente aquí. El radio R del orificio de la matriz, o paso, está indicado a cualquier punto dado x a lo largo del eje principal 12 del orificio de la matriz a partir del plano de entrada Y. La matriz incluye un orificio de entrada en el plano de entrada Y en el que el radio del orificio de la matriz es máximo. El perfil de la matriz, 14, a veces también denominado aquí contorno interno de la matriz, converge de acuerdo con la fórmula anterior y termina a cierta distancia a lo largo del eje principal como se indica en 16. El orificio de la matriz puede contener después una pequeña sección paralela entre 16 y 18; dicha sección, si está presente, deberá tener una longitud mínima para minimizar la fricción del

material en extrusión a lo largo de las paredes internas del orificio de la matriz. Desde 18 hasta el plano de salida Y', el radio del contorno interno de la matriz aumenta ligeramente, 20, para permitir la separación del producto extruido de la matriz. Esta sección de separación de la matriz es convencional y su límite superior se establece normalmente por el sistema de soporte de la matriz. Aunque el grado real de separación es convencional y puede calcularse fácilmente por un experto normal en la técnica para cualquier sistema de matriz dado, tendrá normalmente un límite inferior de aproximadamente 3 grados.

La figura 4 es una vista parcial de la sección transversal de un aparato de extrusión 20 para extruir varillas según la presente invención. En general, la presente invención se realiza situando un tocho calentado compuesto de un material en polvo reforzado por dispersión de grano fino 24 en una cámara 22 en el recipiente 26 de una prensa de extrusión. El tocho puede prepararse cargando primero una cámara de tocho con material en polvo reforzado por dispersión de grano fino. La cámara de tocho puede estar compuesta de cualquier material adecuado comúnmente utilizado para tales fines, tal como acero al carbono ordinario o similares. El tocho se reviste con un lubricante convencional, tal como vidrio, y se coloca entre el tocho y la matriz una arandela lubricante convencional. Puede preferirse que el tocho tenga una sección alargada en su extremo frontal de modo que ajuste perfectamente en el orificio de la matriz para impedir pérdida de lubricante antes de la extrusión. El tocho se extruye entonces haciendo que el pistón 32 se mueva hacia adelante a una veloci-

dad predeterminada lo que hace que el tocho extruya a un régimen natural de deformación constante en una varilla 28 a través de la matriz 10 cuyo plano de salida descansa contra la placa de cizalla 30 de la prensa de extrusión. La temperatura y el régimen de deformación particulares requeridos para cualquier material dado que se vaya a extruir con aumentada plasticidad para producir un producto sustancialmente libre de textura pueden determinarse midiendo primero la sensibilidad al régimen de deformación del material por técnicas convencionales tales como pruebas de tracción, pruebas de compresión, o pruebas de torsión. Se calcula entonces una combinación de temperatura y régimen de deformación que daría una sensibilidad al régimen de deformación superior a aproximadamente 0,4. El procedimiento usado en esta invención para los criterios de determinación para cualquier material dado reforzado por dispersión se discutirán en detalle en la siguiente sección.

La figura 5 es una vista parcial en sección transversal de un aparato 40 para extruir tubos según la presente invención. Como en la figura 4, 26 es el recipiente de la prensa de extrusión, 30 es la placa de cizalla y 32 es el pistón. Tras cargar la cámara del tocho, se cierra en su extremo trasero con una tapa que se suelda en el sitio. La tapa contiene un tubo de metal que la atraviesa en el centro que se usa para hacer el vacío en la cámara. Tras hacer el vacío el tubo se dobla y su extremo se suelda para producir un cierre hermético estanco al aire. El tocho se forja en una prensa de extrusión para consolidar el material en polvo antes de la extrusión. Este procedimiento se usa para todas las extrusiones, excepto si el tocho se

va a utilizar para producir tubos; el material en polvo consolidado puede retirarse de la cámara y taladrarse un agujero, o perforarse, a través de su centro desde un extremo al otro para permitir el paso del mandril 34 que está unido al pistón 32. La matriz 10' utilizada para extruir el material compuesto de grano fino en tubos 36 tiene que tener un contorno interno que se ajuste sustancialmente a la fórmula

10

$$\frac{1}{R^2} = \frac{(1 + BX)}{(R_o^2 + R_m^2 BX)}$$

i) Para una relación de extrusión deseada dada, E, la relación del área de la sección transversal de tocho P al área de la sección transversal de la pared del tubo extruido, la longitud, L, del canal convergente está dada por:

15

$$L = \frac{(E - 1)T}{B}$$

ii) Para una velocidad de pistón dada, v, el régimen de deformación verdadero impuesto al material, que pasa a través de la matriz, está dado por:

20

$$\dot{\epsilon} = A v R_o^2$$

Si la fórmula para el contorno interno de esta matriz para extruir formas tubulares se expresa en términos de proceso se ajustará sustancialmente a la fórmula:

25

$$R=R_o \left[ \frac{1 + \frac{R_o}{r_o} \frac{\dot{\epsilon}}{v} x}{1 + \frac{\dot{\epsilon}}{v} x} \right]^{1/2}$$

cuyas variables se han definido previamente.

La velocidad del pistón estará generalmente en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 100 mm/s. El tocho se extruye entonces, en presencia de un lubricante, a un régimen natural de deformación constante para que el material exhiba aumentada plasticidad durante la extrusión. La temperatura y régimen de deformación particulares requeridos para cualquier material dado para obtener el estado de plasticidad aumentada pueden determinarse midiendo primero la sensibilidad al régimen de deformación del material por técnicas convencionales tales como pruebas de tracción, pruebas de compresión, o pruebas de torsión. Se calcula entonces una combinación de temperatura y régimen de deformación que daría una sensibilidad al régimen de deformación superior a aproximadamente 0,4 cuando el tamaño de grano medio del material es menor que aproximadamente 5 micrómetros.

Aunque no se desea que se limite por la presente, un método que puede utilizarse para determinar la sensibilidad al régimen de deformación para cualquier material particular sería realizar pruebas de tracción en muestras a diversas temperaturas y a diversos regímenes iniciales de deformación predeterminados tales como entre  $10^{-3}$  y  $1 \text{ s}^{-1}$ . Se representan los logaritmos de los regímenes de deformación frente a las presiones de flujo para un tamaño de grano dado. La sensibilidad al régimen de deformación se determina por la pendiente de dicha gráfica para cada temperatura de ensayo.

Los siguientes ejemplos sirven para describir de modo más completo la presente invención. Se entiende que

estos ejemplos no sirven de ninguna manera para limitar el verdadero alcance de esta invención, sino que se presentan con fines ilustrativos.

5 ILUSTRACION DE LOS CRITERIOS DE SELECCION PARA LA EXTRUSION DE CUALQUIER MATERIAL DADO

Para ilustrar un método para determinar la sensibilidad al régimen de deformación para cualquier material dado, se prepararon muestras cilíndricas a partir de dos muestras de material en barra MA956 reforzadas por dispersión de óxido a base de hierro. Un material en barra MA956 tenía un tamaño de grano medio de aproximadamente 1 micrómetro y el otro tenía un tamaño de grano medio de aproximadamente 8 micrómetros. Cada muestra tenía un diámetro real de 6,35 mm y una longitud total de 3,81 mm y longitud de calibre de 1,27 mm. Se realizaron pruebas de tracción en las muestras a temperaturas de 1050°C, 1100°C, 1150°C y 1200°C a regímenes de deformación entre  $10^{-4}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  en un sistema de ensayo servohidráulico MTS que se programó para dar un régimen natural de deformación constante durante el alargamiento uniforme de la muestra. Se midió la presión de flujo a lo largo de cada ensayo y el valor máximo de esta presión tanto para las muestras de 1 micrómetro como para las muestras de 8 micrómetros se muestran en las tablas I y II siguientes. El material MA956 empleado aquí es una aleación de alta temperatura a base de hierro reforzada con itria, cuyo análisis en porcentaje en peso basado en el peso total de la aleación es 73,1 Fe, 20,69 Cr, 5,09 Al, 0,32 Ti, 0,02 C, 0,02 S, y  $0,76 \text{ Y}_2\text{O}_3$ .

Tabla I

MATERIAL MA956 CON TAMAÑO DE GRANO 1 MICRÓMETRO

| <u>T<sub>0</sub>C</u> | <u>Régimen de deformación (s<sup>-1</sup>)</u> | <u>Presión Máx. (MPa)</u> |
|-----------------------|--|---------------------------|
|                       | 9 x 10 <sup>-5</sup>                           | 17,0                      |
| 5                     | 3 x 10 <sup>-4</sup>                           | 19,5                      |
|                       | 5 x 10 <sup>-4</sup>                           | 24,4                      |
|                       | 1 x 10 <sup>-3</sup>                           | 36,0                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-3</sup>                           | 48,9                      |
|                       | 8 x 10 <sup>-3</sup>                           | 65,8                      |
| 10                    | 1 x 10 <sup>-2</sup>                           | 59,7                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-2</sup>                           | 64,6                      |
|                       | 1 x 10 <sup>-1</sup>                           | 68,2                      |
|                       | 5 x 10 <sup>-4</sup>                           | 18,0                      |
| 15                    | 1 x 10 <sup>-3</sup>                           | 21,7                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-3</sup>                           | 29,0                      |
|                       | 5 x 10 <sup>-3</sup>                           | 41,6                      |
|                       | 1 x 10 <sup>-2</sup>                           | 51,5                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-2</sup>                           | 60,0                      |
| 20                    | 1 x 10 <sup>-2</sup>                           | 65,0                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-4</sup>                           | 16,2                      |
|                       | 1 x 10 <sup>-3</sup>                           | 17,0                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-3</sup>                           | 20,0                      |
|                       | 1 x 10 <sup>-2</sup>                           | 26,8                      |
| 25                    | 3 x 10 <sup>-2</sup>                           | 36,9                      |
|                       | 5 x 10 <sup>-2</sup>                           | 49,5                      |
|                       | 1 x 10 <sup>-1</sup>                           | 56,6                      |
|                       | 3 x 10 <sup>-3</sup>                           | 17,0                      |
| 30                    | 1 x 10 <sup>-2</sup>                           | 18,0                      |

(continúa)

Tabla I (continuación)

MATERIAL MA956 CON TAMAÑO DE GRANO 1 MICROMETRO

| <u>T<sup>o</sup>C</u> | <u>Régimen de deformación (s<sup>-1</sup>)</u> | <u>Presión Máx. (MPa)</u> |
|-----------------------|--|---------------------------|
| 1200                  | 2 x 10 <sup>-2</sup>                           | 20,5                      |
| 1200                  | 4 x 10 <sup>-2</sup>                           | 26,0                      |
| 1200                  | 9 x 10 <sup>-2</sup>                           | 31,5                      |
| 1200                  | 1,3 x 10 <sup>-1</sup>                         | 45,1                      |

Tabla II

MATERIAL MA956 CON TAMAÑO DE GRANO 8 MICROMETROS

| <u>T<sup>o</sup>C</u> | <u>Régimen de deformación (s<sup>-1</sup>)</u> | <u>Presión Máx. (MPa)</u> |
|-----------------------|--|---------------------------|
| 1100                  | 1 x 10 <sup>-5</sup>                           | 16,6                      |
| 1100                  | 2 x 10 <sup>-5</sup>                           | 20,5                      |
| 1100                  | 6 x 10 <sup>-5</sup>                           | 29,0                      |
| 1100                  | 1 x 10 <sup>-4</sup>                           | 40,0                      |
| 1100                  | 3 x 10 <sup>-4</sup>                           | 52,2                      |
| 1100                  | 1 x 10 <sup>-3</sup>                           | 60,5                      |
| 1100                  | 2 x 10 <sup>-3</sup>                           | 66,4                      |
| 1150                  | 2 x 10 <sup>-5</sup>                           | 17,0                      |
| 1150                  | 1 x 10 <sup>-4</sup>                           | 20,0                      |
| 1150                  | 3 x 10 <sup>-4</sup>                           | 30,6                      |
| 1150                  | 1 x 10 <sup>-3</sup>                           | 48,2                      |
| 1150                  | 2 x 10 <sup>-3</sup>                           | 55,8                      |
| 1200                  | 1 x 10 <sup>-4</sup>                           | 17,5                      |
| 1200                  | 3 x 10 <sup>-4</sup>                           | 19,0                      |
| 1200                  | 1 x 10 <sup>-3</sup>                           | 27,6                      |
| 1200                  | 2 x 10 <sup>-3</sup>                           | 44,5                      |
| 1200                  | 3 x 10 <sup>-3</sup>                           | 5,00                      |
| 1200                  | 5 x 10 <sup>-3</sup>                           | 62,1                      |

Una representación gráfica de los datos de las tablas I y II anteriores se muestran en las figuras 6 y 7 respectivamente. El intervalo crítico de régimen de deformación se muestra para una temperatura y un tamaño de grano dados mediante la parte de la curva que tiene pendiente máxima (sensibilidad al régimen de deformación). En la figura 8 el régimen crítico de deformación se representa frente al tamaño de grano para cada temperatura. La extrapolación de estas curvas a los regímenes de deformación en la extrusión revela el tamaño de grano requerido necesitado en la realización de la presente invención.

Por otra parte, puede usarse una gráfica de la forma de la figura 9 para establecer las condiciones de temperatura y régimen de deformación para la extrusión para un material con tamaño de grano dado.

### Ejemplos

Se prepararon tochos de aproximadamente 21,6 mm de largo y aproximadamente 6,1 mm de diámetro cargando cámaras de tocho de acero al carbono ordinario con una mezcla de polvos de metal, compuesta, preparada a partir de una mezcla maestra que consiste en 300 g Cr, 67,5 g Al, 15 g Ti, 7,5 g  $Y_2O_3$  y 1110 g Fe. El tamaño de grano medio en los granos en las partículas de polvo fue de aproximadamente 0,5 micrómetros. La carga se compactó por prensado en frío a 20,4 toneladas. Los tochos se protegieron terminalmente y se soldaron excepto en un tubo que se extendía fuera de la parte posterior de cada tocho con fines de evacuación. Los tochos se sometieron a vacío a aproximadamente  $10^{-4}$  mm de Hg tras lo cual los tubos se apretaron en los tochos y se soldaron. Se colocó cada tocho en un horno y

se calentó hasta la temperatura de precalentamiento establecida en la tabla III siguiente. Se retiró cada tocho del horno y se enrolló en Fummite, un lubricante de vidrio. Se colocó una arandela lubricante de vidrio en el recipiente de la prensa de extrusión antes de cada extrusión y se calentaron el recipiente, el amortiguador y la matriz hasta aproximadamente 310°C. En cada extrusión, se colocó el tocho precalentado en el recipiente de la prensa de extrusión y se extruyó al régimen y con la matriz que se muestran en la tabla III posterior.

Cada muestra extruida se analizó entonces para probar su textura usando un difractómetro Rigaku DMAX-II-4 que utiliza un dispositivo de figura polar automático. Los datos se recogieron para la reflexión  $\langle 110 \rangle$ . Se empleó el método Decker en la transmisión y el método Schultz en la reflexión, de modo que se pudiera obtener la figura polar entera. (R.D. Cullity, "Elements of X-ray Diffraction", Addison-Wesley, Reading, MA, 1967, pp. 285-295). Como se muestra en la Tabla III posterior, la mayoría de las muestras extruidas exhibieron textura fuerte, excepto la prueba b que se extruyó según la presente invención y que estuvo sustancialmente libre de textura.

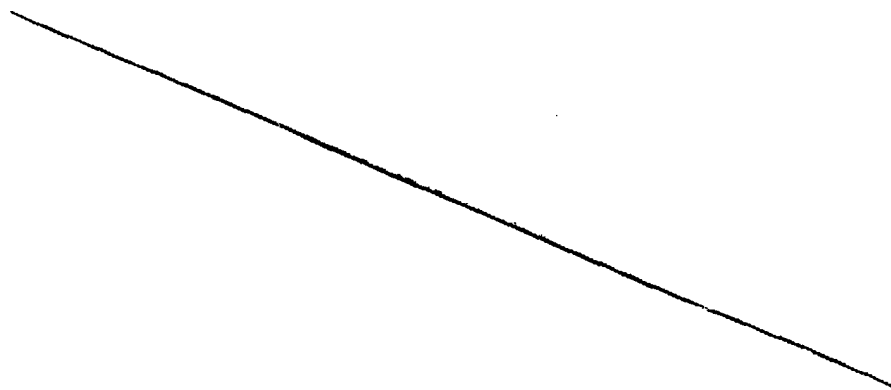


TABLA III

| MATRIZ DE LA PRESENTE INVENCIÓN <sup>1</sup> |                                 | MATRIZ CONVENCIONAL  |                                      |        |                                 |                      |                                      |
|--|---------------------------------|----------------------|--------------------------------------|--------|---------------------------------|----------------------|--------------------------------------|
| Prueba                                       | Temperatura de precalentamiento | Régimen de extrusión | Textura <sup>2</sup> (veces al azar) | Prueba | Temperatura de precalentamiento | Régimen de extrusión | Textura <sup>2</sup> (veces al azar) |
| a.   | 1270°C                          | 250 mm/s             | (f) > 16                             | i.     | 1270°C                          | 75 mm/s              | (mf) > 25                            |
| b.   | 1270°C                          | 75 mm/s              | (md) < 5                             |        |                                 |                      |                                      |
| c.   | 1270°C                          | 16 mm/s              | (f) > 16                             |        |                                 |                      |                                      |
| d.   | 1170°C                          | 250 mm/s             | -                                    | j.     | 1170°C                          | 75 mm/s              | -                                    |
| e.   | 1170°C                          | 75 mm/s              | (f) > 20                             |        |                                 |                      |                                      |
| f.   | 1170°C                          | 16 mm/s              | -                                    |        |                                 |                      |                                      |
| g.   | 1070°C                          | 250 mm/s             | -                                    | k.     | 1070°C                          | 75 mm/s              | -                                    |
| h.   | 1070°C                          | 75 mm/s              | -                                    |        |                                 |                      |                                      |

<sup>1</sup> matriz que tiene un contorno interno que se ajusta sustancialmente a la fórmula:

$$R = \frac{R_0}{\sqrt{1 + \frac{\dot{\epsilon}}{v} x}}$$

R = radio del contorno de la matriz en un punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde el plano de entrada Y;

$\dot{\epsilon}$  = régimen natural de deformación;

v = velocidad del pistón de la prensa de extrusión;

R<sub>0</sub> = radio del tocho.

<sup>2</sup> el valor en la columna de textura indica la densidad polar máxima en una figura polar en términos de la densidad polar observada en una muestra orientada al azar obtenida a partir de la muestra extruida correspondiente.

f = fuerte, mf = muy fuerte, md = muy débil.



LEYENDA DE LOS DIBUJOS

Fig. 6: Eje de abscisas REGIMEN DE DEFORMACION,  $s^{-1}$

Eje de ordenadas PRESION DE FLUJO, MPa

Fig. 7: Ejes de abscisas y de ordenadas como en la Fig. 6

Fig. 8: Eje de abscisas TAMAÑO DE GRANO  $\mu m$

Eje de ordenadas REGIMEN CRITICO DE DEFORMACION,  $s^{-1}$

b 0,1  $\mu m$  a 1200°C

Fig. 9: Eje de abscisas TEMPERATURA °C

Eje de ordenadas REGIMEN DE DEFORMACION

10 c VENTANA DE EXTRUSION TRAS PRECALENTAMIENTO A  
1270°C

Fig.10: d EJE DE EXTRUSION

e NUMERO DE PRUEBA i TRANSVERSA

f TRANSVERSO

15 g al azar

Fig.11a: h PRUEBA NUMERO a

k AXIAL

Fig.12a: j PRUEBA NUMERO b

20

25

30

REIVINDICACIONES

5 Los puntos que como característica de novedad se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Modelo de Utilidad por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Una matriz de extrusión para extruir varillas a base de materiales metálicos en forma de polvo, en donde el contorno interno de la matriz se acomoda substancialmente a la fórmula:

$$\frac{1}{R^2} = \frac{1}{R_0^2} + Ax$$

15 en donde R es el radio del contorno de la matriz en cualquier punto x dado a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;  $R_0$  es el radio del tocho; y A es una constante arbitraria.

20 2ª.- Una matriz de extrusión para extruir formas tubulares a partir de materiales metálicos en forma de polvo, en donde el contorno interno de la matriz se acomoda substancialmente a la fórmula:

$$\frac{1}{R^2} = \frac{(1+Bx)}{(R_0^2 + R_m^2 Bx)}$$

25 en donde R es el radio del contorno de la matriz en cualquier punto dado x a lo largo del eje principal del orificio de la matriz desde su plano de entrada;  $R_0$  es el radio exterior del tocho;  $R_m$  es el radio del mandril; y B es una cons-

tante arbitraria.

3ª.- "UNA MATRIZ DE EXTRUSION PARA EXTRUIR VARILLAS A BASE DE MATERIALES METALICOS EN FORMA DE POLVO".

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintiséis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

18 MAYO 1987

Fernando de Elizaburu  
Por Poder.

P.A

10

15

EXXON RESEARCH I/X

ESCALA VARIABLE

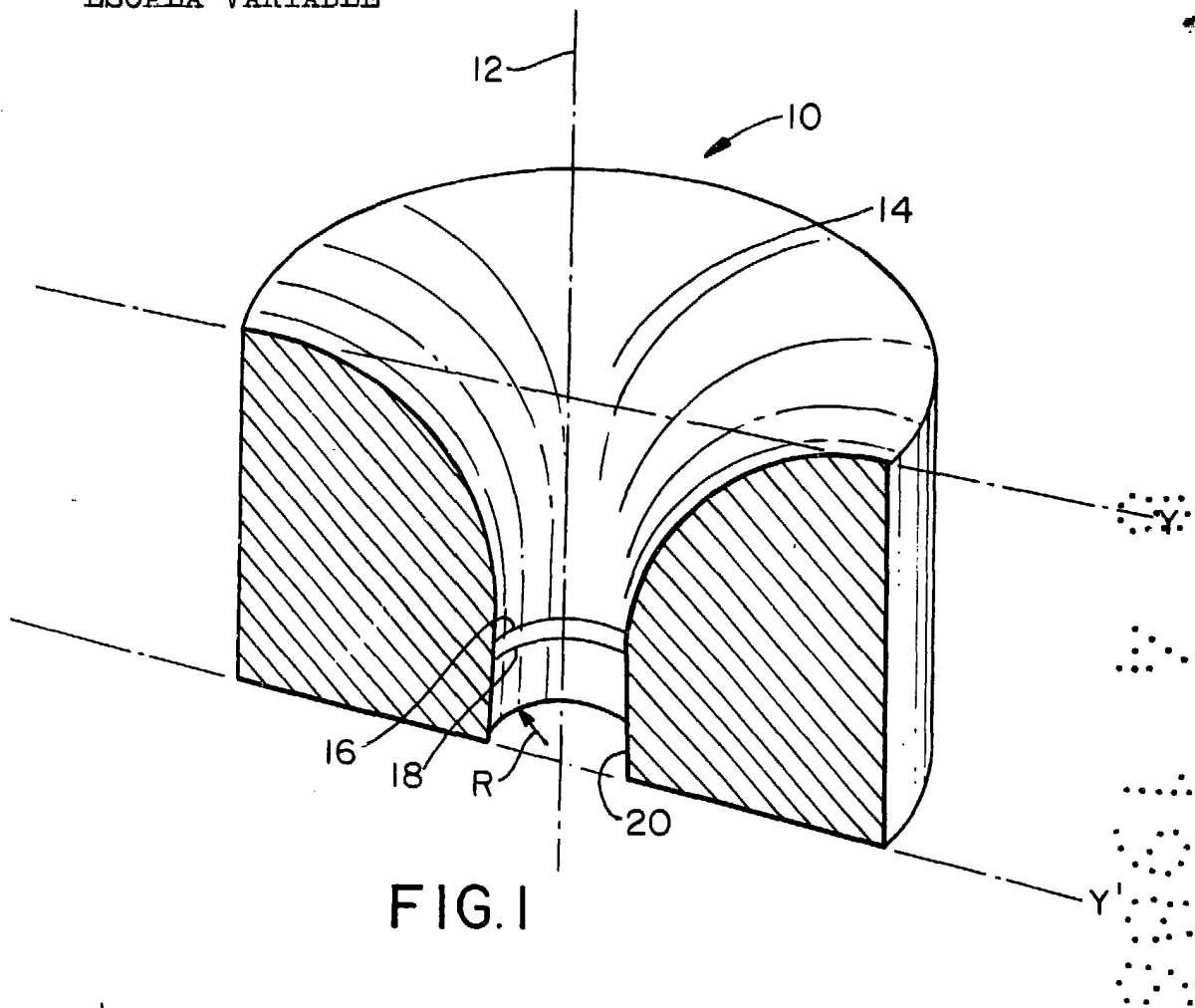


FIG. 1

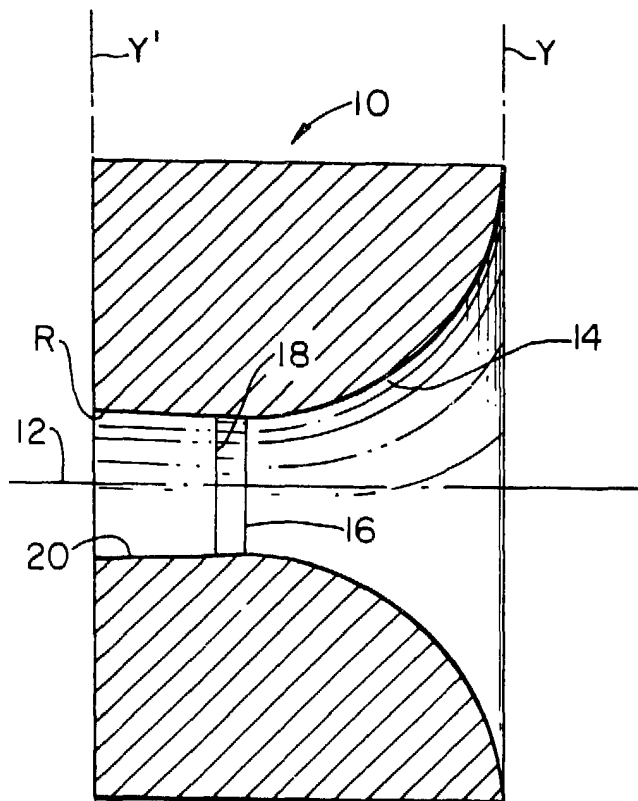


FIG. 2

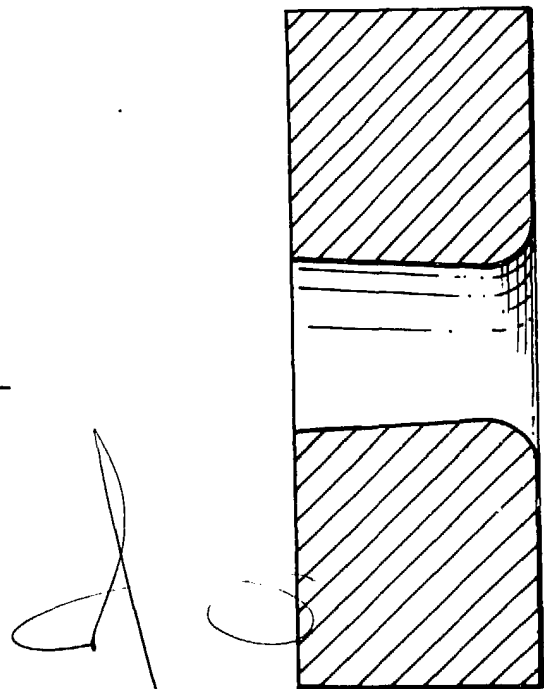


FIG. 3

Fernando de Elizaburu  
Pat. Ex. Inv.

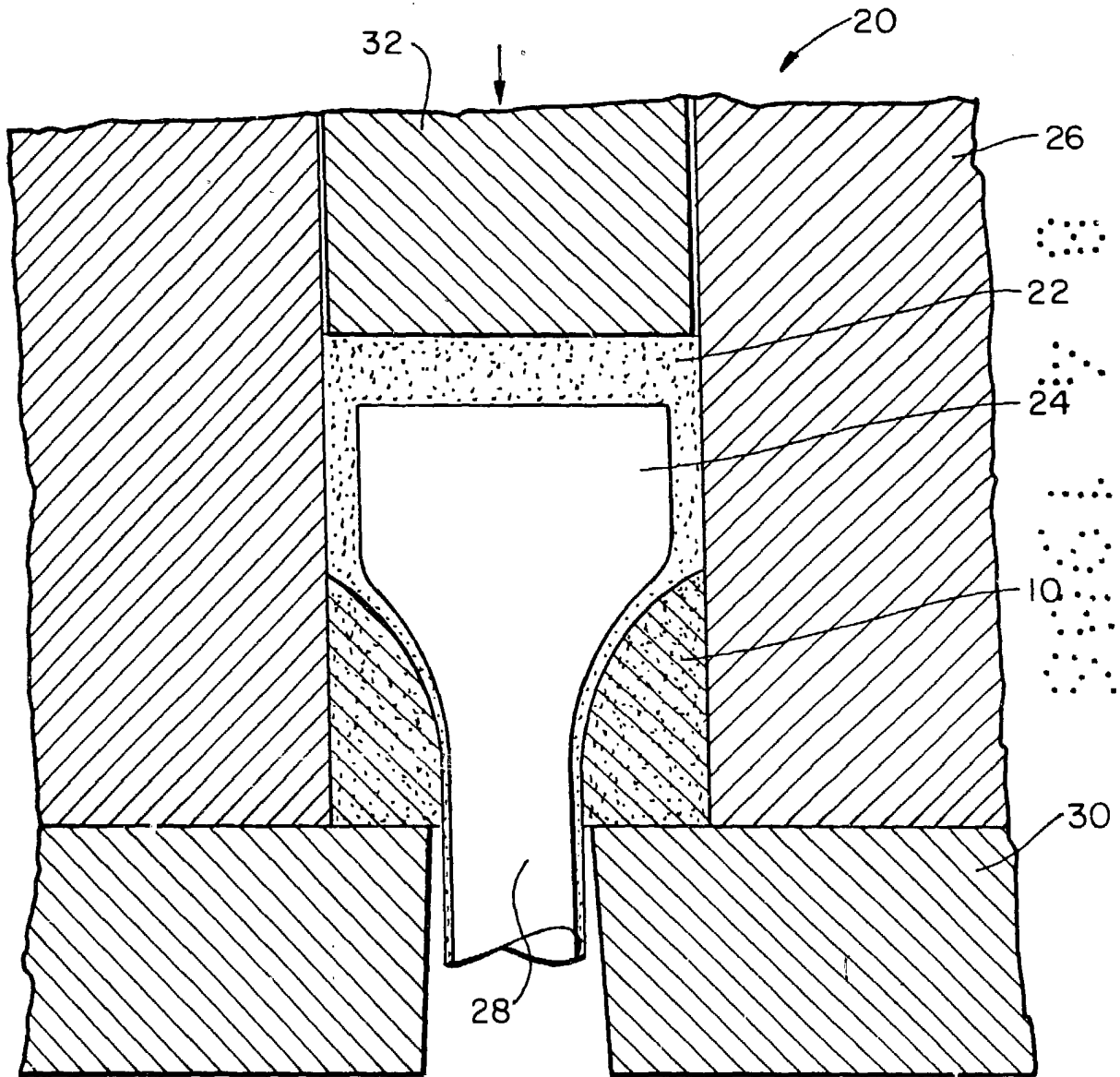
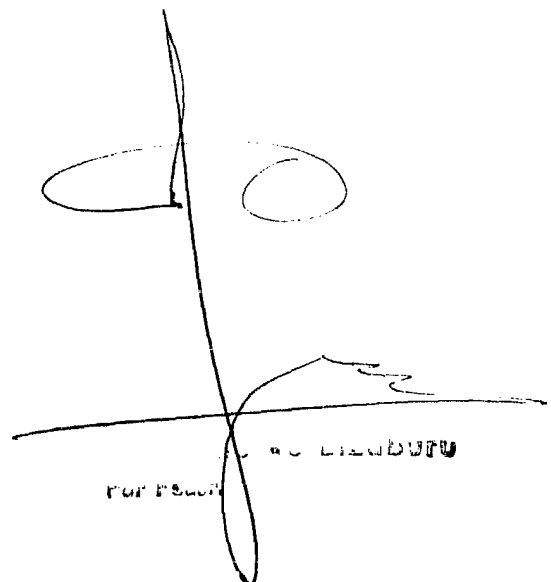


FIG. 4



EXXON RESEARCH III/X  
ESCALA VARIABLE

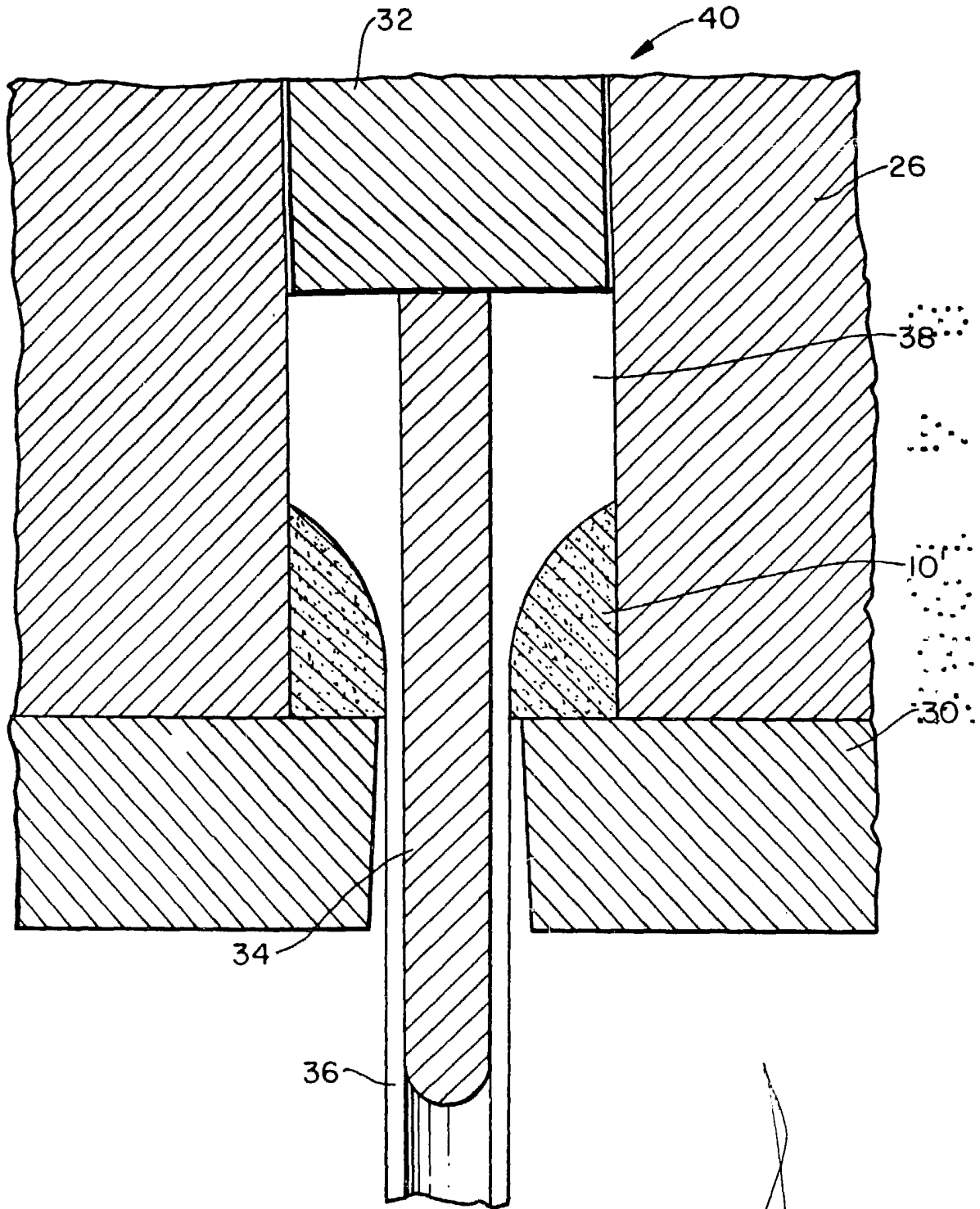
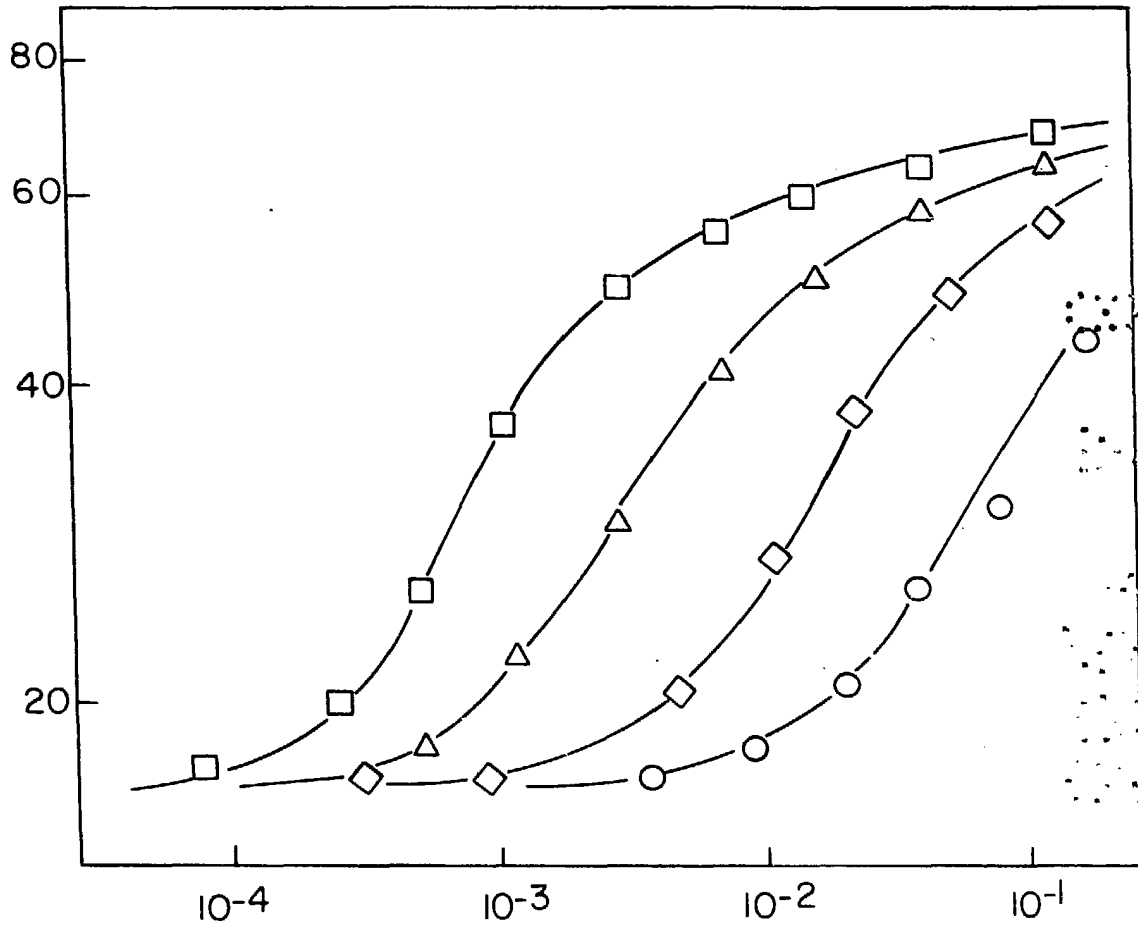


FIG. 5

*[Handwritten signature]*  
Retinal ... ..  
Encl. 1/57

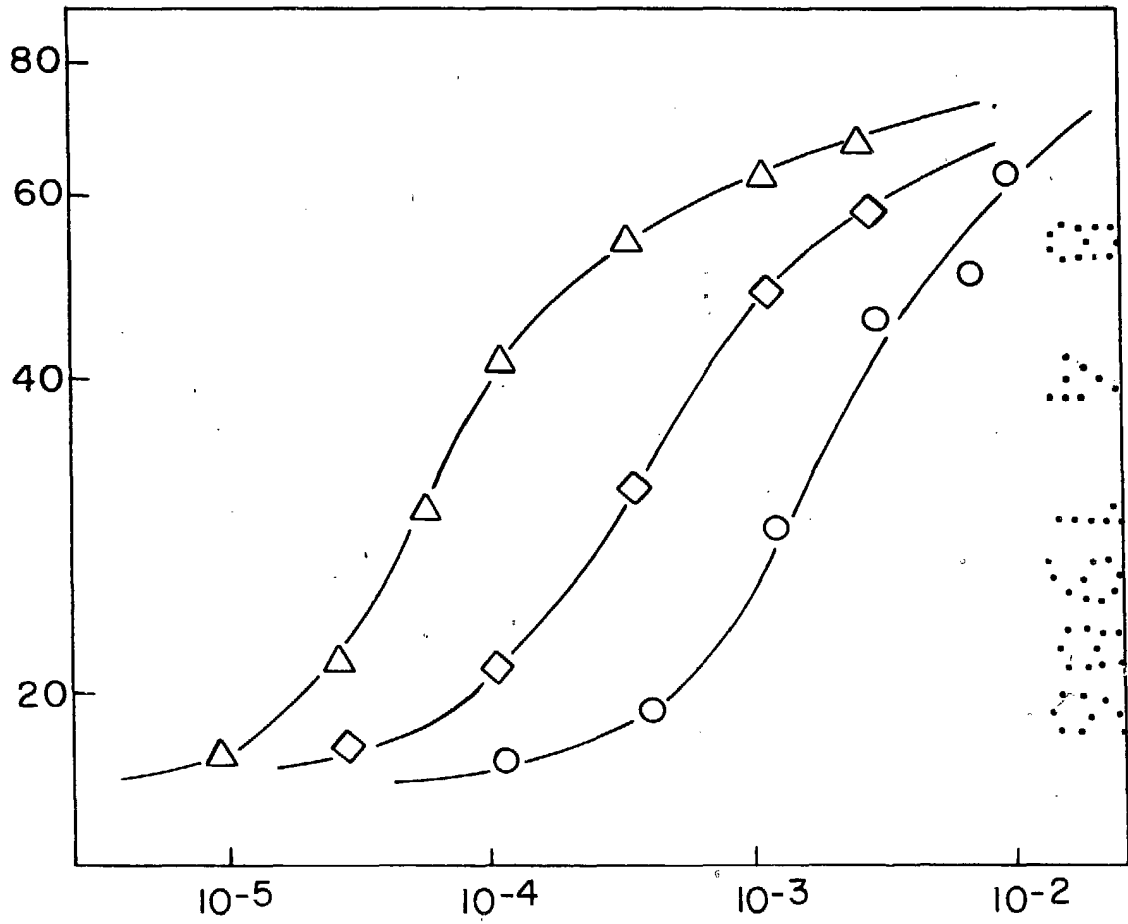


- 1050°C
- △ 1100
- ◇ 1150°C
- 1200

FIG. 6

For Further Information Contact:

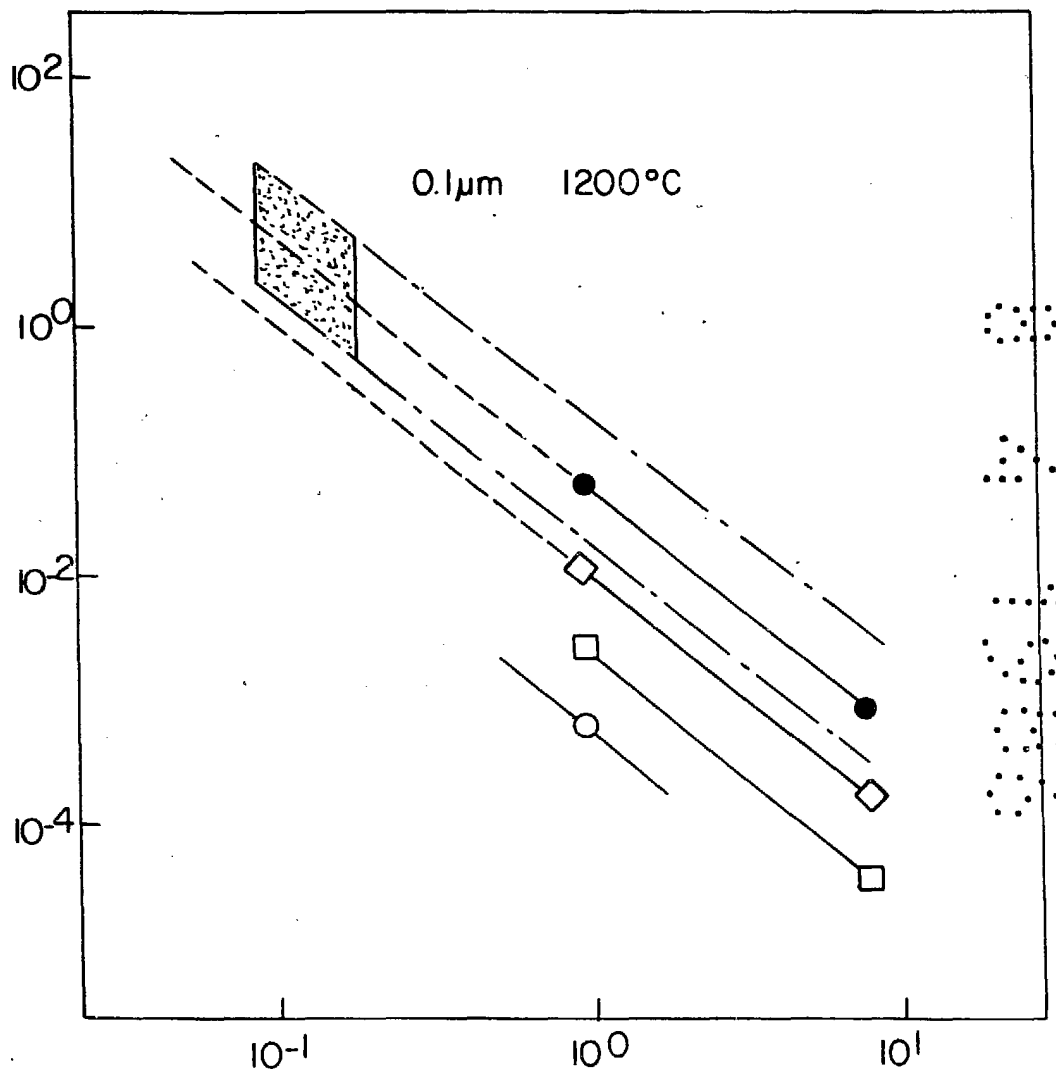
EXXON RESEARCH V/X  
ESCALA VARIABLE }



- △ 1100 °C
- ◇ 1150 °C
- 1200 °C

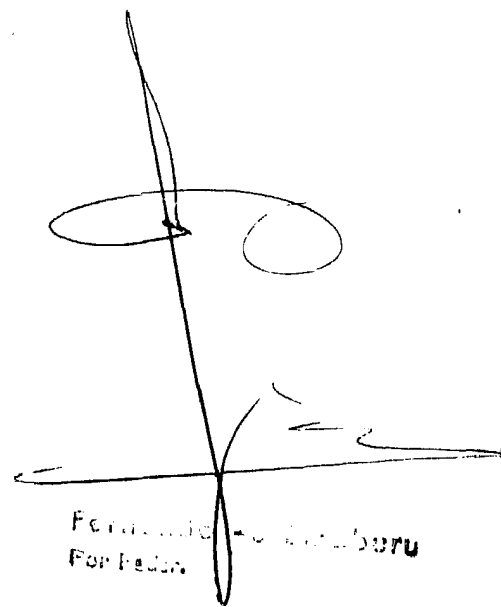
FIG. 7

For 1 min. S. S. S. S. S.



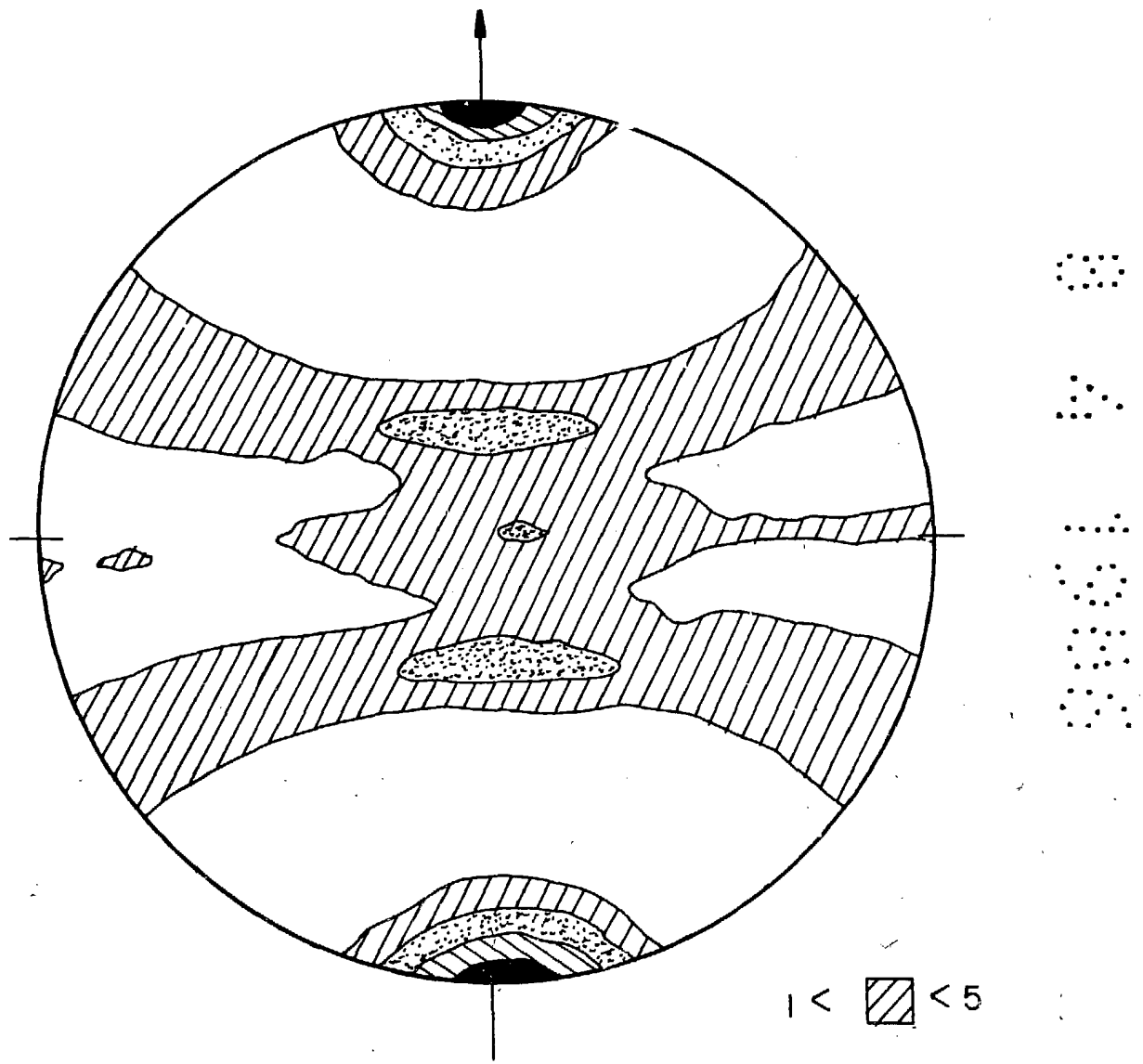
- 1200 °C
- ◊ 1150 °C
- 1100 °C
- 1050 °C

FIG. 8

  
 Fernando ...  
 For Pedro.



ESCALA VARIABLE







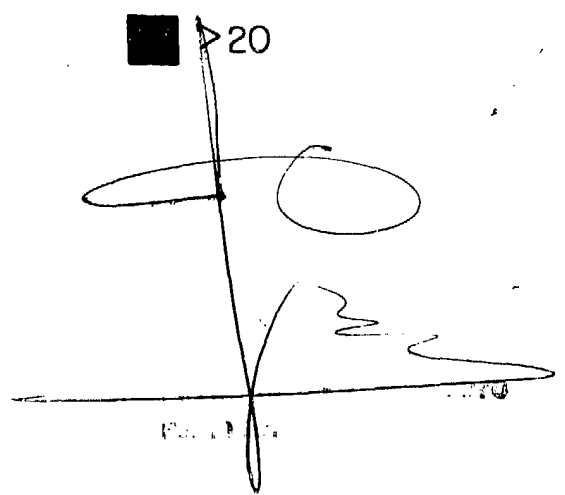
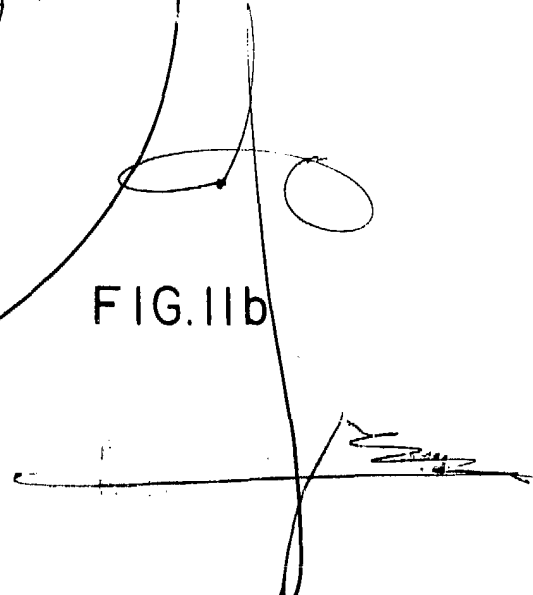
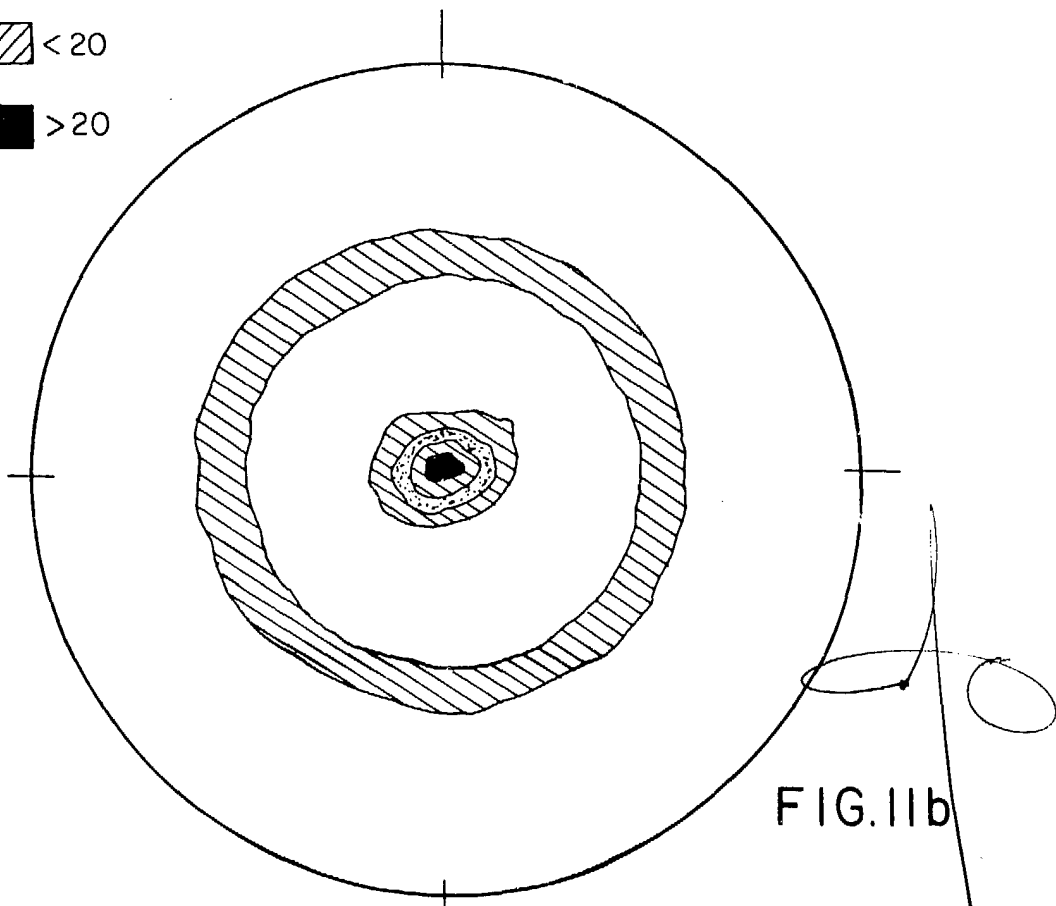
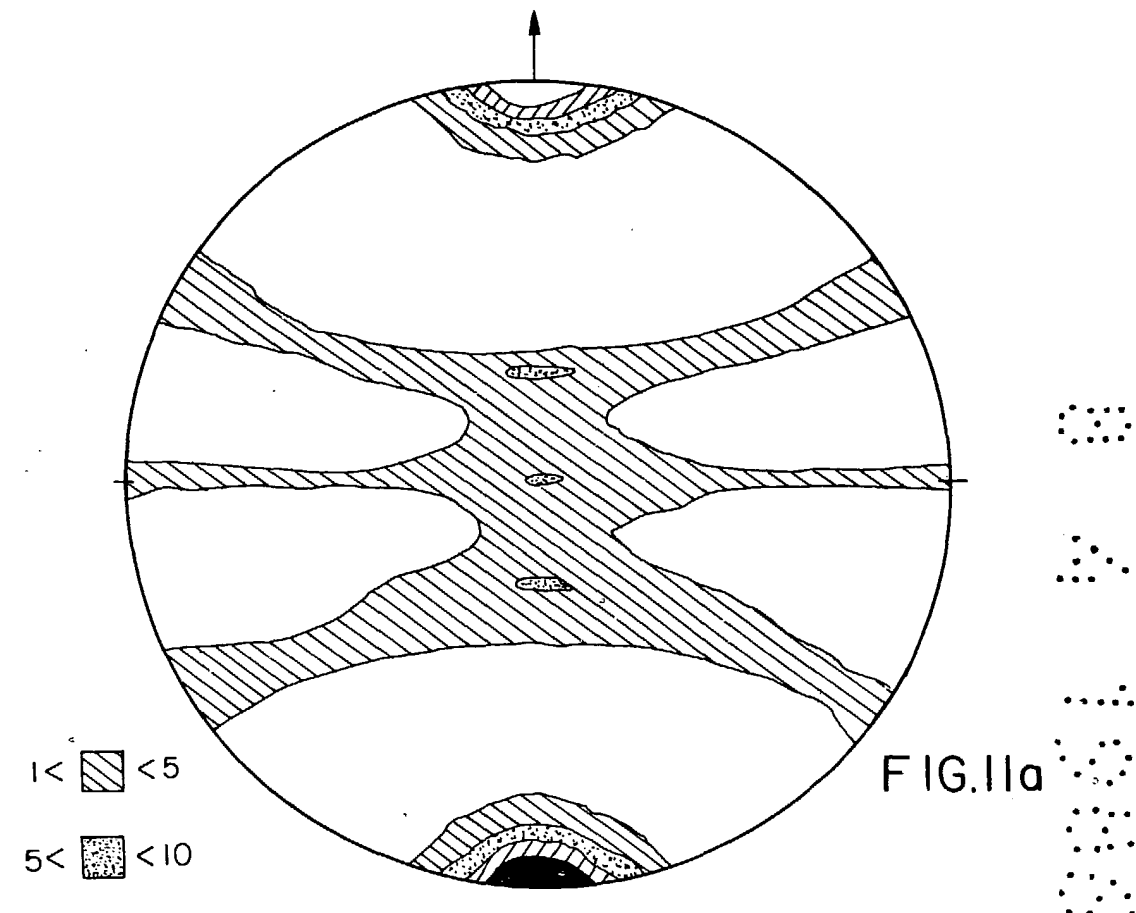
- 1 <  < 5
- 5 <  < 10
- 10 <  < 20
-  > 20

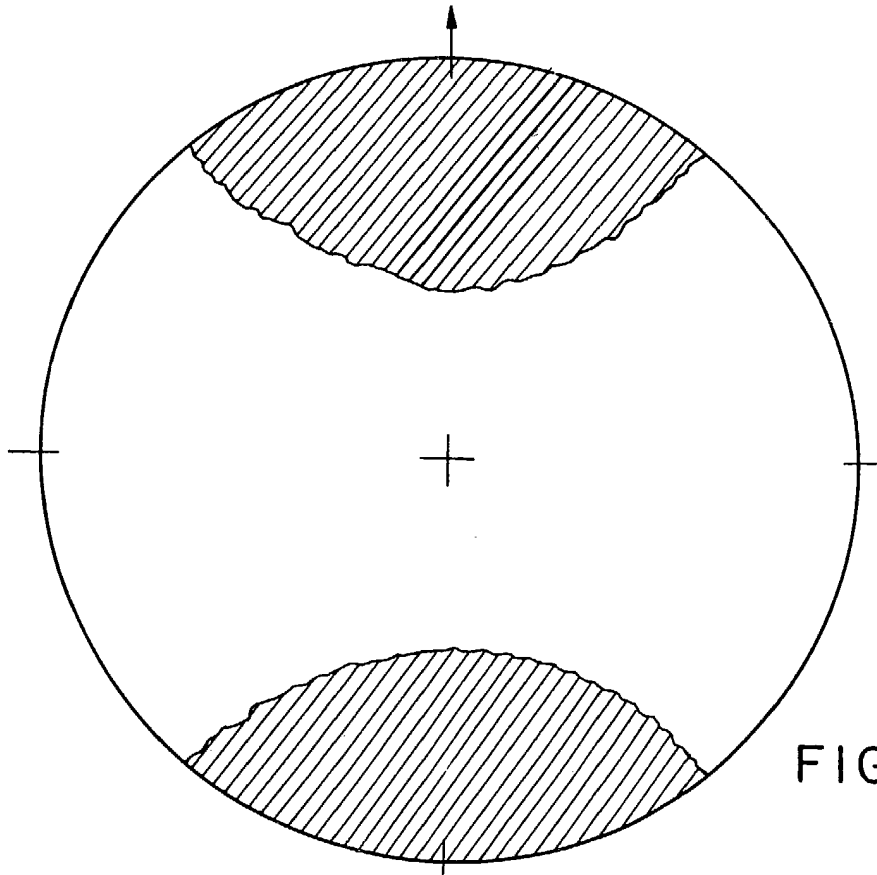
FIG. 10



ESCALA VARIABLE



ESCALA VARIABLE



$1 < \square < 5$

FIG. 12a

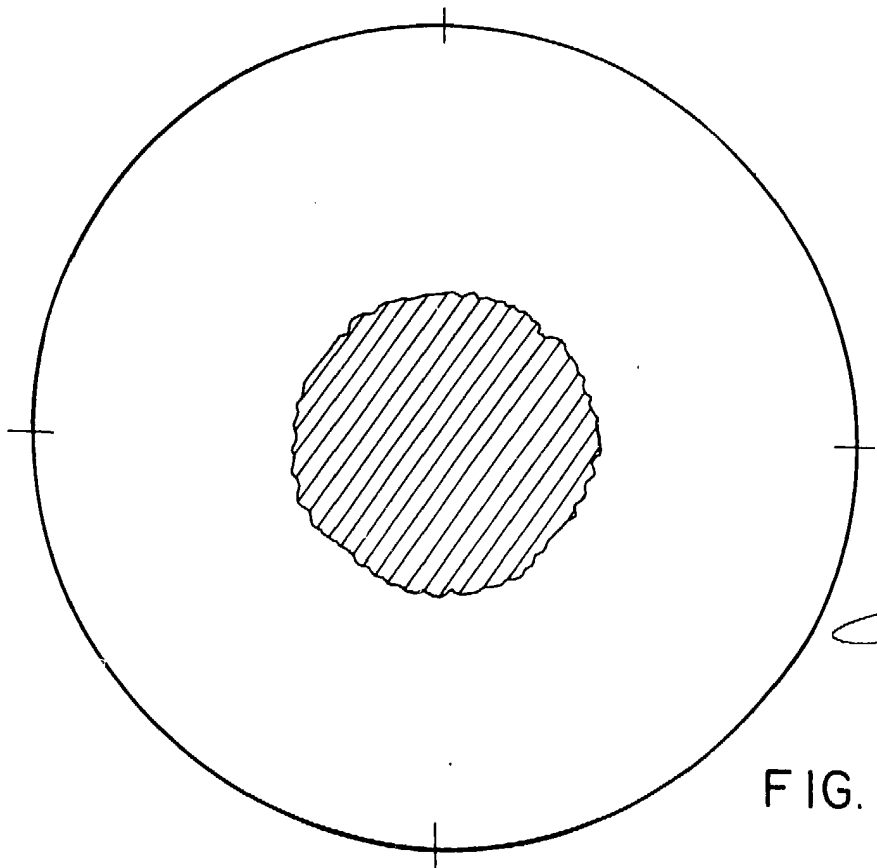
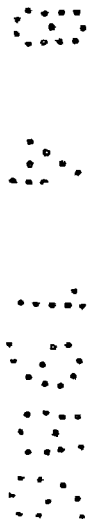


FIG. 12b

*[Handwritten signature]*  
FERNANDEZ  
FERNANDEZ