

328474



2

328474

MEMORIA DESCRIPTIVA.

PATENTE DE INVENCION.

P A I S : ESPAÑA.

DURACION : 20 AÑOS.

OBJETO : "UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA
"DUCTILIDAD DE MATERIALES COMPUES-
"TOS DE OXIDO Y METAL O ALEACIONES
"EN FASE DISPERSA, PARTICULARMENTE
"DE MATERIALES COMPUESTOS DE ALU-
"MINIO Y ALUMINA".

=====

A nombre de : COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE
ATOMIQUE (EURATOM).

Residente en : BRUSELAS (Bélgica), Belliard, 51-53.



28

328474

Este invento se refiere a un procedimiento para mejorar la ductilidad de materiales compuestos de óxido y metal o de aleaciones en fase dispersa y, en especial, se refiere a un material compuesto de aluminio y alúmina.

5.- Como es sabido, los materiales compuestos de aluminio y alúmina que se usan de modo general consisten en Al-Al₂O₃ sinterizado, que es un compuesto metalúrgico del tipo de aleación en fase dispersa, que ofrece múltiples ventajas para diversos fines, por ejemplo, como material de enlatado para elementos combustibles de ciertos tipos de reactores nucleares.

Este material se prepara principalmente en la forma siguiente: Un polvo de aluminio es oxidado parcialmente a Al₂O₃. La proporción en peso de Al₂O₃ en el polvo oxidado puede variar de 2% a 20%. El polvo oxidado es primero densificado en frío y luego sinterizado para formar un lingote o tocho.

Con preferencia, antes de la sinterización, el polvo densificado es desgasificado; el lingote o tocho sinterizado es luego tratado por vía metalúrgica, por medio de al menos un proceso de extrusión, con el fin de conseguir las propiedades requeridas de un producto acabado o semi-acabado.

Dentro del campo de la fabricación de revestimientos para elementos combustibles nucleares usando este material de Al-Al₂O₃, se sabe bien en la actualidad que este material



posee buenas características mecánicas de resistencia térmica, lo cual ha sido demostrado también por medio de ensayos de larga duración.

30.- Sin embargo, su empleo está limitado en la actualidad a la fabricación de revestimientos para elementos combustibles en forma de una lata rígida auto-resistente a causa de la falta de ductilidad a la deformación lenta bajo carga (creep) que muestra este material.

35.- A modo de ejemplo, los ensayos a la tracción y a la deformación lenta bajo carga realizados a 450°C. con probetas de Al-Al₂O₃, dan los siguientes valores medios:

Ejemplo N^o. 1 (barras extruídas de Al-Al₂O₃ sinterizado, conteniendo 4% de alúmina).

Ensayos a la tracción (tracción rápida)

- 40.- Resistencia a la rotura: R=6 Kg/mm².
- Límite elástico: 0,2% S_{0,2}=5,5 kg/mm².
- Alargamiento total % (5 diámetros) A₅=6%

Ensayos a la deformación lenta bajo carga (Creep) a 1000 horas

- 45.- Esfuerzo de rotura σ $\left\{ \begin{array}{l} 450^{\circ}\text{C.} \\ \approx 4 \text{ kgs/mm}^2. \\ \text{R } 1000 \text{ h.} \end{array} \right.$

- Alargamiento total % (5 diámetros) A₅ $\left\{ \begin{array}{l} 450^{\circ}\text{C} \\ \approx 0,5\% \\ \text{R } 1000 \text{ h.} \end{array} \right.$

50.- Ejemplo N^o. 2 (barras extruídas de Al-Al₂O₃ sinterizado conteniendo 7% de alúmina)

Ensayos a la tracción (tracción rápida)

- Resistencia a la rotura R= 8 kg/mm².
- Límite elástico 0,2% S_{0,2}= 7 kg/mm².
- 55.- Alargamiento total % (5 diámetros) A₅= 4%



Ensayos a la deformación lenta bajo carga (Creep) a 1000 horas

Esfuerzo de rotura σ $\left\{ \begin{array}{l} 450^{\circ}\text{C} \\ R\ 1000\ \text{h}^{\circ} \end{array} \right. \approx 5\ \text{kgs/mm}^2.$

60.- Alargamiento total % (5 diámetros) A_5 $\left\{ \begin{array}{l} 450^{\circ}\text{C} \\ R\ 1000\ \text{h}^{\circ} \end{array} \right. \approx 0,7\%$

El alargamiento antes de la rotura es aproximadamente 0,5%

Ejemplo N.º 3 (Tubos extraídos con aletas helicoidales de

65.- Al-Al₂O₃ sinterizado, conteniendo 7% de alúmina)

Ensayos a tracción (tracción rápida)

Resistencia a la rotura : $R = 8,5\ \text{kg/mm}^2.$

Alargamiento total % (5 diámetros) $A_5 = 4\%$

Ensayo de reventamiento.

70.- Esfuerzo de reventamiento $\sigma = 7\ \text{kg/mm}^2.$

El valor A_5 de alargamiento a la rotura, que generalmente es menor del 1% para los materiales de Al-Al₂O₃ también con diferente contenido de óxido, es muy representativo de la bajísima ductilidad a la deformación lenta bajo carga del material.

75.- De aquí el interés en mejorar la ductilidad a la deformación lenta bajo carga yendo acompañada esta mejora, no obstante, por las buenas propiedades mecánicas citadas, en cuanto se refiere al uso de este material para fines nucleares, con objeto de hacer con él revestimientos para elementos combustibles, teniendo los revestimientos la forma y las propiedades de fundas resistentes y ductiles.

80.- Hemos descubierto que se obtiene un material compuesto de Al-Al₂O₃ con 2 a 20% en peso de alúmina, con una ductilidad mejorada en especial ductilidad a la deformación lenta

85.-



bajo carga, por un procedimiento que, según el presente invento, se caracteriza porque se produce un lingote o tocho partiendo de polvo de $Al-Al_2O_3$ o de alambre de $Al-Al_2O_3$ por proyección o pulverización del metal del mismo sobre un cuerpo de base y porque el tocho es sometido luego a transformación metalúrgica por trabajo mecánico con el fin de conseguir las propiedades mecánicas finales para productos semiacabados o acabados.
90.- Puede hacerse uso de polvos de $Al-Al_2O_3$ oxidados o, alternativamente, de material compuesto de $Al-Al_2O_3$ densificado en caliente, sinterizado, semiacabado, reduciéndose previamente este último desde el diámetro original de una barra o lingote o tocho a alambres de pequeño diámetro por extrusión de alambre y subsiguientes operaciones de trefilado.

El diámetro de los alambres obtenidos a partir de lingotes, cuyo diámetro está normalmente comprendido entre 70 y 20 mm. a usar para la proyección del metal, está comprendido entre 1 y 10 mm.
100.-

La proyección del metal se realiza a una distancia que varía desde 50 a 250 mm. desde el cuerpo de base.

La dirección de proyección puede variar desde perpendicular a paralela con respecto al eje del cuerpo, prefiriéndose la dirección paralela.
105.-

La proyección debe ejecutarse a una temperatura de por lo menos unos $800^{\circ}C$. y dentro de períodos de proyección de algunos segundos o, con preferencia, de menos de un segundo.
110.-

El tocho preparado ha de someterse a desgasificación térmica y a estabilización de óxido en un horno de vacío.

Estas operaciones deben efectuarse a temperaturas que varían desde 550 a $625^{\circ}C$, y a presiones residuales comprendidas entre 10^{-2} y 10^{-5} mm. Hg, durante períodos de 10 a 30
115.-



horas, con preferencia de 20 a 24 horas.

120.- Los productos semiacabados o acabados, tales como barras, revestimientos lisos o con aletas (aletas helicoidales o rectas) se obtienen particularmente por operaciones metalúrgicas como se conocen para la producción usual, comprendiendo por ejemplo la extrusión y, eventualmente, el estirado con recocido intermedio.

125.- Con el fin de que el invento pueda comprenderse más fácilmente, se describirán ahora a manera de ejemplo cuatro realizaciones específicas del mismo.

Realizaciones 1 y 2, (4% de Al_2O_3 ; 7% de Al_2O_3).

130.- Un primer lingote o tocho de $Al-Al_2O_3$ sinterizado con 4% o 7% de alúmina, obtenido por fabricación normal, con un diámetro de 70 mm. se extruyó a una temperatura de unos 5700°C. a través de una hilera para obtener barras de 5 mm. de diámetro que, luego, se trefilaron a temperatura ambiente para dar, en 3 ó 4 pasadas, alambres de 3 mm. de diámetro.

Estos alambres fueron proyectados por medio de una pistola de metalización (Metco) para crear un nuevo tocho.

135.- La proyección del metal se efectuó en las siguientes condiciones de trabajo:

caudal de oxígeno (O_2): 50 litros/minuto

Caudal de acetileno: 50 litros/minuto

Presión del aire: 4,5 Kg/cm².

140.- Distancia de proyección: unos 100 mm.

Dirección de proyección: En ángulo recto al eje del tocho en preparación.

145.- La operación de proyección se interrumpió cuando se había obtenido un tocho con un espesor de unos 2 cm., suficiente para permitir su trabajo en un torno para obtener una superficie totalmente cilíndrica.



Después del torneado, cilindrado o rectificado, se prosiguió la operación de proyección hasta que se obtuvo un tocho de unos 70 mm. de diámetro. Este tocho se rebajó en un torno a 68,4 mm. de diámetro y luego se desgasi-
 150!.- ficó en un horno bajo alto vacío, a saber, 10^{-5} mm. Hg, calentando a una temperatura de 600°C. durante 20 horas.

El tocho desgasiificado se extruyó luego a través de una hilera a 520°C. para dar barras de 20 mm. de diámetro.

155!.- Los datos de la extrusión fueron:

El diámetro del contenedor: 70 mm.
 Temperatura del contenedor: 500°C.
 Temperatura de la hilera: 480°C.
 Relación de extrusión: 12,3

160!.- Velocidad de extrusión: 7,38 m/minutos

En el caso del material con 4% de Al_2O_3 , los ensayos a la tracción y a la deformación lenta bajo carga se realizaron a 450°C. para dar los siguientes valores medios:

Ensayo a la tracción (tracción rápida)

165!.- Resistencia a la rotura: $R = 6 \text{ Kg/mm}^2$.
 Límite de elasticidad: 0,2% $S_{0,2} = 5,5 \text{ Kg/mm}^2$.
 Alargamiento total % (5 diámetros): $A_5 = 15\%$

Ensayos de deformación lenta bajo carga a 1000 horas

170!.- Esfuerzo de rotura σ $\left\{ \begin{array}{l} 450^\circ\text{C} \\ R 1000 \text{ h.} \end{array} \right. \approx 4 \text{ Kg/mm}^2$.

Alargamiento total % (5 diámetros) A_5 $\left\{ \begin{array}{l} 450^\circ\text{C} \\ R 1000 \text{ h.} \end{array} \right. \approx 15\%$

175!.- Por estos resultados, se verá que las características



de resistencia térmica se mantienen a los valores antes citados mientras que las ductilidades a la deformación lenta bajo carga y a la tracción se hacen mucho mayores, especialmente el valor A_5 de ductilidad a la deformación lenta bajo carga, que aumenta de menos de 1% a 15% aproximadamente.

En el caso del material con 7% de Al_2O_3 , los ensayos de deformación lenta bajo carga se realizaron a 450°C. para dar los siguientes valores medios:

185.- Ensayo de deformación lenta bajo carga a 1000 horas

Esfuerzo a la rotura σ $\left\{ \begin{array}{l} 450^\circ C \\ R\ 1000\ h. \end{array} \right. \approx 5,2\ kg/mm^2.$

190.- Alargamiento total % (5 diámetros) A_5 $\left\{ \begin{array}{l} 450^\circ C \\ R\ 1000\ h. \end{array} \right. \approx 4,5\%$

Puede verse por estos resultados que las características de resistencia térmica se mantienen a los valores citados al paso que la ductilidad a la deformación lenta bajo carga aumenta considerablemente, a saber, desde menos de 1% a aproximadamente 4,5%.

195.- Realización 3, (7% de Al_2O_3 , proyectados sobre tubo de aluminio).

La transformación del material de base en alambre y las condiciones de trabajo durante la proyección del metal son iguales a las que se han descrito antes para la primera y la segunda realizaciones del invento. Pero, en lugar de proyectar sobre un núcleo de tocho macizo, (una barra que giraba a 10-70 r.p.m.) la proyección se realizó sobre un tubo rotativo de aluminio (10-70 r.p.m.) hasta que se obtuvo un to-

200.-
205.-

- 9 - 328474 28



cho de unos 70 mm. de diámetro exterior, cuyo tocho se torneó luego para obtener un diámetro exterior de 68,4 mm. por un diámetro interior de 25,75 mm. Luego, este tocho se desgasificó en un horno de vacío (10^{-5} mm. Hg) a una temperatura de 600°C. durante 20 horas.

El tocho tubular desgasificado se extruyó luego a través de una hilera a 575°C. para dar un tubo con aletas helicoidales.

Los datos de la extrusión fueron:

215.- Diámetro de contenedor: 70 mm.
Temperatura de contenedor: 550°C.
Temperatura de la hilera 540°C.
Relación de extrusión: 25
Velocidad de extrusión: 25 m/minuto.

220.- Se realizaron ensayos mecánicos a 450°C. y dieron los siguientes valores medios:

Ensayo a la tracción (tracción rápida)

Resistencia a la rotura: $R = 9 \text{ Kg/mm}^2$.

Alargamiento total % (5 diámetros): $A_5 = 4\%$

225.- Ensayo rápido de reventamiento a 450°C: Esfuerzo de reventamiento $\sigma = 8 \text{ Kg/mm}^2$.

Realización 4, (con 7% de Al_2O_3 , proyectado en sentido paralelo al eje del tocho).

También en este caso la extrusión del alambre y las condiciones de trabajo durante la proyección se correspondieron con los datos arriba mencionados, pero, al paso que en las tres primeras realizaciones del invento, la proyección se realizó perpendicularmente respecto al eje del tocho, esta vez la proyección se hizo más o menos paralela-
230.- mente a dicho eje sobre un disco que giraba a 30 r.p.m. De
235.-

este modo, se preparó un tocho macizo de 70 mm. de diámetro y 120 mm. de longitud. El tocho se cilindró en un torno a 68,4 mm. de diámetro, con 100 mm. de longitud. Luego, el tocho se desgasificó como se describió para los otros casos.

240'.-

Análogamente, la transformación del tocho en una barra de 20 mm. de diámetro se llevó a cabo de acuerdo con los datos arriba señalados para las realizaciones 1 y 2'.

245'.-

Entonces se realizaron ensayos de deformación lenta bajo carga a 450°C., los cuales dieron los siguientes valores medios:

Ensayo de deformación lenta bajo carga (300 horas)

250'.-

Esfuerzo de rotura σ $\left\{ \begin{array}{l} 450^{\circ}\text{C} \\ \text{R } 300 \text{ h.} \end{array} \right. \approx 5,3 \text{ Kg/mm}^2.$

Alargamiento total % (5 diámetros) A_5 $\left\{ \begin{array}{l} 450^{\circ}\text{C} \\ \text{R } 300 \text{ h.} \end{array} \right. \approx 4\%$

255'.-

El alargamiento antes de la rotura fue de aproximadamente de 2,5%.

260'.-

Por estos resultados puede verse que también en el caso de la 3ª y 4ª realización del invento, se conservan las características de resistencia térmica del material, al paso que la ductilidad a la deformación lenta bajo carga se hace mucho mayor. El valor de A_5 aumenta desde menos de 1% hasta aproximadamente 4%, con un alargamiento, antes de la rotura, mucho mayor que para las barras extruídas de Al-Al₂O₃ normales.

265'.-

El invento no queda restringido a las realizaciones mencionadas más arriba: abarca también otros compuestos tales



como los materiales de magnesio-magnesia, por ejemplo.

N O T A.-

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por veinte años, son los siguientes:

270.- 1º.- Un procedimiento para mejorar la ductilidad de materiales compuestos de óxido y metal o aleaciones en fase dispersa, particularmente de materiales compuestos de aluminio y alúmina con 2% a 20% en peso de alúmina, caracterizado porque se produce un lingote o tocho a partir de

275.- polvo o de alambre de $Al-Al_2O_3$ por proyección o atomización del metal de dicho polvo o alambre sobre un cuerpo de base y porque el tocho es sometido luego a transformación metalúrgica por trabajo mecánico con el fin de obtener las

280.- propiedades mecánicas finales del producto semiacabado o acabado.

285.- 2º.- Un procedimiento según el punto 1º, caracterizado porque la proyección del metal se lleva a cabo a una distancia que varía de 50 mm. a 250 mm. desde el cuerpo de base y porque la dirección de la proyección varía desde la perpendicular a la paralela con respecto al eje geométrico del cuerpo, prefiriéndose la dirección paralela.

290.- 3º.- Un procedimiento según los puntos 1º y 2º, caracterizado porque la proyección del metal se ejecuta a una temperatura de al menos 800°C aproximadamente y dentro de períodos de proyección de algunos segundos, o de preferencia, menores de 1 segundo.

4º.- Un procedimiento según los puntos 1º, 2º ó 3º, caracterizado porque el tocho preparado es sometido a una



295'.- desgasificación térmica y estabilización del óxido en un horno de vacío'.

52'.- Un procedimiento según el punto 42, caracterizado porque la desgasificación y la estabilización del óxido se efectúan a temperaturas comprendidas entre 550 y 625°C., a 300'.- una presión residual comprendida entre 10^{-2} y 10^{-5} mm. Hg., durante períodos de 10 a 30 horas, preferiblemente de 20 a 24 horas'.

62'.- Un procedimiento según el punto 12, o cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el alambre 305'.- de Al-Al₂O₃ se obtiene a partir de una barra o lingote o tocho de material compuesto de Al-Al₂O₃ obtenido de manera normal en forma de material compuesto de Al-Al₂O₃ densificado en caliente y sinterizado'.

72'.- "UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA DUCTILIDAD DE 310'.- MATERIALES COMPUESTOS DE OXIDO Y METAL O ALEACIONES EN FASE DISPERSA, PARTICULARMENTE DE MATERIALES COMPUESTOS DE ALUMINIO Y ALUMINA", todo tal y conforme se describe en la presente memoria, la cual consta de 313 líneas'.

Madrid, 28 JUN. 1966