

P.- 42.240

B 2907.3 JF

300453

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B-01</u>
SUBCLASE <u>J</u>

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

entidad / ~~de nacionalidad~~ francesa

con domicilio en 29, rue de la Fédération, París, Francia

por: PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE MONOCRISTALES DE
UN CUERPO" (Clase Internacional B22d)

18.8.69



El presente invento tiene por objeto un procedimiento de fabricación de monocristales, especialmente de metales y de aleaciones.

Entre los procedimientos actuales de fabricación de monocristales de metal, uno de los más utilizados, debido a su sencillez, es el método de Bridgman: - se funde el metal en un crisol de fondo cónico, se estabiliza la temperatura en el crisol a un valor próximo - al punto de fusión (valor corregido de una desviación correspondiente al factor de sobrefusión) y se desplaza a lo largo de un crisol a una velocidad pequeña, a partir de la punta del cono, un gradiente térmico negativo de algunos grados por cm. Para un valor conveniente de esta velocidad, un cristal brota en la punta del cono y crece solo a medida del desplazamiento del gradiente - térmico eliminando las macclas superficiales que son rechazadas hacia el borde del crisol, por lo menos si se realizan ciertas condiciones. En particular, es preciso que el frente de crecimiento del monocristal sea convexo, lo que implica que lo esencial de las pérdidas de - calor se efectúa por conducción a través del cristal ya formado y no por medio de la pared a un nivel en que la porción central del cuerpo no está todavía cristalizada. Existen diversas fórmulas empíricas que proporcionan - los valores límites a respetar, en función especialmente de las conductibilidades térmicas del cristal y del líquido.

Este procedimiento, si bien ofrece generalmente resultados satisfactorios, presenta, sin embargo, limitaciones. En particular, se presta muy mal a la fabri-



5 cación simultánea de un grupo de monocristales idénticos
en un racimo de crisoles desplazados en bloque. Las -
pruebas efectuadas con un racimo de crisoles constituf-
dos por agujeros ciegos terminados en punta hacia abajo
y perforados en un bloque de grafito o de cerámica ca-
10 lentada por inducción, han sido muy decepcionantes. Uno
de los motivos es la poca conductibilidad térmica de -
los materiales utilizables para constituir el bloque:
es muy difícil obtener una isoterma sensiblemente plana
y horizontal, y por consiguiente, una cristalización al
mismo nivel en todos los agujeros y una homogeneidad -
satisfactoria de los cristales.

15 El presente invento trata de proporcionar un
procedimiento que responde mejor que los anteriormente
utilizados a las exigencias de la práctica, especialmen-
te porque permite la fabricación simultánea de monocris-
tales sensiblemente idénticos.

20 Con esta finalidad, el invento propone un pro-
cedimiento de fabricación de monocristales de un cuerpo
por desplazamiento vertical de un frente de solidifica-
ción a lo largo de una masa del cuerpo previamente fun-
dido, procedimiento caracterizado especialmente porque
se pone bajo presión hidrostática el cuerpo fundido en
un molde de conductividad térmica elevada sumergido en
25 un baño de material fundido mantenido a una temperatura
ligeramente superior al punto de fusión o al líquido -
de dicho cuerpo y porque se extrae progresivamente el -
molde, terminado en punta en su extremo superior, fuera
del baño.

30



Se describe también igualmente un dispositivo que comprende un racimo de recepción del cuerpo fundido constituido por una pluralidad de moldes cerrados por su parte superior y por un canal en comunicación con la parte inferior de los moldes, un recipiente provisto de medios de calentamiento que permite poner un material líquido contenido en el recipiente a una temperatura superior al punto de fusión del cuerpo, y medios de elevación del racimo a partir de una posición baja en la cual los moldes están totalmente sumergidos en el material que ocupa el recipiente.

Entre las ventajas aportadas por el invento, es necesario, en particular, retener las siguientes: - el procedimiento cumple perfectamente las condiciones teóricas de cristalización simultánea en varios moldes extraídos al mismo tiempo fuera del baño de material fundido, puesto que el isoterma es para todos los moldes fijado por el baño, a temperatura homogénea en toda su masa. El empleo de moldes de la clase "blindada" permite fabricar monocristales de forma irregular directamente a las cotas o tamaños de utilización, garantizando el mantenimiento de una presión hidrostática el mantenimiento del cristal en posición a medida de su crecimiento y en contacto estrecho con el molde.

El invento será mejor comprendido por la lectura de la descripción que sigue de un dispositivo que constituye un modo de puesta en práctica del invento, - dado a título de ejemplo no limitativo. La descripción se refiere a la figura única que la acompaña y muestra el dispositivo en alzado y en corte parcial según una -



plano vertical que pasa por un eje.

El dispositivo representado en la figura 1, -
comprende una cuba metálica 10 provista de una cubierta
12 de cierre estanco. Uno o varios gatos 14 permiten su
5 bir o bajar la cubierta 12. Juntas de estanqueidad no -
representadas están interpuestas entre ésta y el rebor-
de superior de la cuba.

Siendo puesto en funcionamiento el interior -
de la cuba a alta temperatura, la pared de la cuba y, -
10 eventualmente, la cubierta están provistas de un encami-
sado interno 16 que delimita con la pared externa de la
cuba un intervalo anular 18 de circulación de un líqui-
do refrigerante (agua en general). Medios no representa-
dos están previstos para realizar en el interior de la
15 cuba un vacío de por lo menos 10^{-2} torr destinado a evi-
tar la oxidación del material destinado a constituir los
monocristales.

La cuba 10 contiene un horno de fusión 20 de ca-
lentamiento por inducción de corriente a alta o media -
20 frecuencia, destinado a fundir el cuerpo cuyos monocris-
tales serán constituidos, y un horno de cristalización
22, igualmente provisto de un dispositivo de calentamien-
to por alta frecuencia.

El horno de fusión 20 está constituido por un
25 crisol 24 llevado por la pared de la cuba por medio de
gorriones no representados que le permiten bascular y -
venir de la posición representada en trazos continuos a
la representada en trazos mixtos en la figura. La bas-
culación es mandada por un volante fijado a uno de los
30 gorriones a través de la cuba y no visible en la figura.



El crisol 24 lleva un enrollamiento de calentamiento 26 unido a un generador de potencia suficiente para poner a fusión una carga del cuerpo a tratar colocada en el crisol.

5 El horno de cristalización 22 incluye un recipiente 28 de material refractario ocupado por un baño 30 de un material elegido para presentar un punto de fusión inferior al del cuerpo a tratar y para poder ser llevado a una temperatura superior a este último punto de fusión, permaneciendo a la vez en estado líquido y sin presentar 10 pérdidas por vaporación demasiado elevadas: en particular, se puede utilizar el estaño, sin precauciones particulares, hasta una temperatura de 1400°C a 1500°C. Más allá, es necesario, o bien utilizar otro metal, o bien prever 15 por encima del baño un condensador de recuperación que devuelve al baño el estaño que recoge. La cuba 28 puede estar constituida entonces de alúmina, compatible con el estaño hasta la temperatura de 1500°C, que basta para numerosas fabricaciones, en particular para la de aletas 20 monocristalinas de acero inoxidable para turborreactores o de monocristales brutos destinados a ser mecanizados a formas que no permiten la colada directa.

Al recipiente 28 está asociado un enrollamiento 32 de calentamiento por inducción de alta frecuencia. Este enrollamiento es alimentado por un generador no representado provisto de un dispositivo de regulación que modula la potencia proporcionada para mantener el baño a una 25 temperatura constante con aproximación de algunos grados centígrados.

30 Un racimo de moldes, designado en su conjunto por la referencia 34, recibe en el estado fundido el cuerpo

18.8.69



po a partir del cual los monocristales deben ser preparados: el racimo 34 se compone de un canal central 36 y de moldes 38 repartidos alrededor de él y que comunican por su parte inferior con la base del canal. Estos moldes
5 se terminan en puntas hacia arriba para que aparezca un solo brote importante que se desarrollará progresivamente en un solo monocristal.

Cuando, como en el caso ilustrado en la figura, la forma de los monocristales a fabricar es tal que no
10 pueden ser extraídos más que destruyendo los moldes, el racimo es fabricado ventajosamente por moldeo por el procedimiento llamado "de cera perdida". El molde y el canal son constituidos, por ejemplo, de cemento refractario, que es compatible con el estaño fundido y el acero
15 inoxidable a las temperaturas consideradas.

El racimo es desplazable verticalmente a partir del baño y hacia éste por un mecanismo que comprende un estribo 40 de aprehensión de la parte superior del canal y una cabeza motorizada de elevación 42 llevada por la
20 cubierta. Esta cabeza es de tipo clásico y está prevista para elevar el estribo 40 con un movimiento uniforme, sin sacudidas, ventajosamente a velocidad ajustable. La posición más baja del estribo 40 es tal, evidentemente, que mantiene entonces el racimo 34 en una posición completamente sumergida en el baño 30 y tal que, por basculación del horno de fusión 20, se viera el cuerpo líquido que contiene éste en el canal 36.
25

El procedimiento de fabricación de monocristales, en forma, por ejemplo, de aletas de acero inoxidable, se ve por la lectura de la descripción que precede.
30



27A

Se carga el horno de fusión 20, luego se cierra la cuba y se hace en ella un vacío del orden de 10^{-2} torr. Los enrollamientos 26 y 32 son alimentados para fundir el acero en el crisol y el estaño en la cuba 28 y llevar el estaño a una temperatura ligeramente superior al líquido del acero. Se vierte entonces el acero fundido en el canal mantenido en posición baja para que los moldes sean totalmente sumergidos en el estaño. El vacío es mantenido durante esta operación para evitar la formación de burbujas por oclusión de gas y ulteriormente para evitar la oxidación del acero y del estaño. El volumen de acero vertido debe ser tal que el nivel en el canal 36 esté por encima de la parte superior de los moldes 38 con el fin de que una presión hidrostática se ejerza sobre el metal en los moldes. El calentamiento de la cuba 22 es mantenido y regulado de manera que la temperatura del estaño sea superior en 10°C aproximadamente al líquido del acero, y luego la cabeza de elevación 42 es puesta en marcha a una velocidad que es, por ejemplo, del orden de 0,5 mm/mi pero que puede variar - prácticamente entre 10^{-2} y 1 mm/mi: la velocidad de ascensión está limitada esencialmente por la necesidad de mantener el isoterma de cristalización a un nivel muy poco superior al de la superficie libre del baño, con el fin de que esta isoterma sea plana.

A medida de la salida de los moldes 38 fuera del baño, brotan cristales en el extremo superior de los moldes y se desarrollan: la superficie del líquido representa prácticamente el isoterma de cristalización y en estas condiciones el gradiente térmico y los parámetros



de crecimiento son los mismos para todos los moldes. La presión hidrostática en la intercara cristal-cuerpo fundido debida al líquido en el canal evita cualquier despegue y garantiza cotas precisas: es necesario, evidentemente, para esto, que el canal 36 sea tal que el frente de solidificación en éste esté a un nivel más elevado - que en los moldes 38. En estas condiciones, los monocristales así obtenidos están exentos de juntas de grano y de iniciación de estratificación, y no presentan ni cavitación, ni difusión, ni fragilidad intergranular.

No es necesario decir que el invento es susceptible de numerosas variantes. En particular, el estaño puede ser sustituido por otros materiales elegidos en función del punto de fusión del cuerpo cuyos monocristales deben ser retirados. Conviene, sin embargo, que el material presente, como el estaño, una conductividad elevada que garantice, por una parte, una buena condición plana del isoterma de solidificación (por consiguiente, un crecimiento simultáneo de los monocristales en todos los moldes) y, por otra parte, un gradiente térmico importante en el sentido de la altura a partir de la superficie libre del estaño. Se puede utilizar un solo horno, en el cual se efectúa sucesivamente la fusión y la cristalización, pero esta solución es generalmente menos ventajosa que la que acaba de ser descrita.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 23 de Agosto de 1.968 n° PV 163.975 - se acoge a los beneficios del art° 51 del vigente Esta-



tuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

15

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de PATENTE DE INVENCION en España por VEINTE años son los siguientes:

20

1.- Procedimiento de fabricación de monocristales de un cuerpo, según el cual se funde el cuerpo, se mantiene bajo presión hidrostática en un molde de conductividad térmica elevada, cerrado por su extremo superior, se sumerge el molde en un baño de material fundido mantenido a una temperatura determinada, superior al punto de fusión del cuerpo, y se levanta progresivamente el molde fuera del baño para provocar el desarrollo de un monocristal a partir del extremo superior del molde.

30

18.8.69



2.- Procedimiento según la reivindicación 1,
de fabricación simultánea de varios monocristales del
cuerpo, según el cual el cuerpo fundido es colocado en
un racimo de moldes cuyos extremos inferiores están uni-
dos a un mismo canal en el cual el nivel de la superfi-
cie libre del cuerpo es superior al punto alto de los
moldes.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 ó 2, caracterizado porque se calienta dicho cuerpo fun-
dido, constituido por un metal por inducción de corrien-
tes eléctricas de alta frecuencia.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones
1, 2 ó 3, caracterizado porque se encierran el baño y
el molde en una cuba obturable de manera estanca y en
la que se hace el vacío.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4,
en el cual dicho cuerpo en estado sólido es situado -
en un horno contenido en la cuba y fundido antes de -
la colocación de dicho cuerpo en el racimo.

6.- Procedimiento de fabricación de monocris-
tales de un cuerpo.

Tal y como se ha descrito en la memoria que
antecede, representado en los dibujos que se acompañan
y con los fines que se han especificado.

6 MA




Esta Memoria consta de doce hojas, escritas
a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

26 MAR 1971

P.A.



ALBERTO DE LLANOS
Por Poder,

18.2.71/RTA.-

