

P.- 44.064

B 12706
Case 3142
JHH/AMS

376684

25



Memoria descriptiva

SECCION	_____
CLASIFICACION	_____
CLASE	C-22
SUBCLASE	B

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de ETHYL CORPORATION

entidad / ~~corporacion~~ norteamericana

con domicilio en 330 South Fourth Street, Richmond, Virginia, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN PERFIL SOLIDO DE UN METAL DE BASE DE ALUMINIO ESPONJADO"
(Clase Internacional C22b)

25 MAR



Esta invención se refiere a un procedimiento para producir metal esponjoso de base aluminio.

Se han descrito metales esponjosos; veáanse, por ejemplo, las patentes de los EE. UU. 2.895.819; 3.300.296, y 3.297.431. En general, tales espumas se producen añadiendo un compuesto que desprende gas a un metal fundido y calentando la mezcla para descomponer el compuesto a fin de preparar el gas de soplado. El gas se expande, haciendo que el metal adquiriera una textura esponjosa. Después del esponjamiento, se enfría la masa resultante para formar un sólido esponjoso. El gas que esponja el sólido puede ser un hidruro metálico tal como TiH_2 , ZrH_2 o hidruro de litio, según la patente de EE.UU. 2.983.597.

Un gran número de materiales esponjosos de la técnica anterior poseen alvéolos de estructura no-uniforme o de tamaño indeseablemente grande. Una de las principales razones de esto es la incapacidad para desprender gas de soplado y dispersarlo por toda la masa que debe esponjarse a velocidades óptimas. Así, existe necesidad de un método que aumente la viscosidad del metal fundido a fin de favorecer la etapa de soplado. Esta invención satisface dicha necesidad.

El método para producir esponjas metálicas de esta invención comprende:

- aumentar la viscosidad de una aleación fundida de base aluminio (con aire, N_2 , CO_2 , H_2O ó argón), y
- hacer que se esponje el fundido viscoso con un agente de soplado (tal como un hidruro metálico, de composición estequiométrica o no estequiométrica).

Los fundidos viscosos producen masas esponjosas

25 

de mejor calidad que las aleaciones no tratadas con agentes inductores de viscosidad. Las esponjas metálicas son útiles como materiales para construcción, por ejemplo, muros de revestimiento. Son ventajosos los agentes de soplado no-estequiométricos, ya que es más lento (en su caso) el desprendimiento de hidrógeno.

Ordinariamente, el aluminio fundido y sus aleaciones fundidas poseen viscosidades semejantes a la del agua. Cuando se tratan tales aleaciones con un agente acrecentador de la viscosidad de esta invención, puede producirse un fundido mucho más "denso". Hablando en términos generales, la "densidad" es proporcional a la cantidad de agente añadido. De hecho, es posible producir un material tan "denso" que no pueda ser agitado por dispositivos potentes de agitación.

La viscosidad, tal como se utiliza el término en esta memoria, hace referencia a la fluidez de un líquido. (En un sentido técnico, la fluidez es el recíproco de la viscosidad o viscosidad "aparente"). Un líquido fluirá de manera más lenta --tendrá menor fluidez-- cuando aumente su viscosidad. Hay dos tipos de viscosidad, viscosidad verdadera y viscosidad aparente. La viscosidad aparente hace referencia a la equivalencia de viscosidad en aspecto y movilidad de un fluido que, cuando se mide con un viscosímetro, evidencia una variación nula o sólo una variación ligera en la viscosidad verdadera. Un ejemplo de un material que exhibe viscosidad aparente es la nata batida. No se sabe con certeza si el tratamiento de aumento de la viscosidad de esta invención da por resultado un aumento de la viscosidad verdadera y/o aparente. Sin embargo, el agente

25 MAR 1970



acrecentador de la viscosidad modifica las aleaciones de aluminio desde un estado de materiales que poseen aproximadamente la misma resistencia a fluir que el agua, a sustancias mucho menos flúidas. Parece ser que el aumento de viscosidad es un aumento principal en viscosidad aparente y un aumento secundario en viscosidad verdadera. Se ha encontrado que el tratamiento de aumento de la viscosidad de una aleación de aluminio que tenga 7% de magnesio produce un aumento de viscosidad (de acuerdo con determinación de la viscosidad) de sólo aproximadamente 16 centipoises. No obstante, cuando se trata tal aleación fundida, por ejemplo, por el método de los ejemplos que se dan más adelante en esta memoria, se vuelve tan "densa" que no será capaz de verterse de una cuchara aun cuando dicha cuchara se vuelva "boca abajo".

Las aleaciones de aluminio espesadas de esta invención proporcionan esponjas metálicas mejores que las de las aleaciones que no han sido tratadas de este modo. En las esponjas de esta invención, el tamaño de poro es más pequeño y más uniforme. Por otra parte, el uso de un agente acrecentador de la viscosidad de esta invención hace posible utilizar una menor cantidad de agente de soplado de la que se requeriría en caso contrario.

Por ejemplo, el tratamiento con CO_2 es una etapa previa beneficiosa para el soplado con un hidruro metálico. El empleo del tratamiento con CO_2 de esta invención hace posible utilizar menos hidruro tal como TiH_2 ó ZrH_2 . En otros términos, después del tratamiento con CO_2 según esta invención, no es preciso utilizar tanto TiH_2 , por ejemplo, para obtener la cantidad de espuma deseada. La



reducción de la cantidad de TiH_2 ó ZrH_2 requerida no es proporcional al grado de expansión producido con el CO_2 . Por ejemplo, se ha encontrado que el pre-tratamiento con CO_2 hará posible que 0,6 g de ZrH_2 produzcan la misma expansión que producen 1,0 g en ausencia de pre-tratamiento con CO_2 . Esto conduce a una economía considerable en costes de soplado.

Es posible calcular cuánto hidrógeno gaseoso se requiere para conseguir un grado de esponjosidad deseado. La cantidad de hidrógeno gaseoso se expresa convenientemente en valores teóricos. Un valor teórico es la cantidad de gas que podría generarse (si se descompusiera por completo el sólido formador de gas) para producir un volumen de poros conocido en una masa -- el cual puede expresarse como densidad en g/cm^3 de masa esponjosa --. Para una densidad de 240 gramos por litro, se requieren 2,5-3,0 valores teóricos de TiH_2 , y esta cantidad es equivalente a 0,8-1,0 gramos de TiH_2 por 1000 gramos de metal. En cambio, después del tratamiento con CO_2 , para producir una cantidad equivalente de masa esponjosa, se requieren únicamente 1,2-1,7 valores teóricos, o sea 0,4-0,6 gramos de TiH_2 .

El hidruro de zirconio, el hidruro de hafnio, y el hidruro de titanio tienen las fórmulas ZrH_2 , y TiH_2 , respectivamente. Los productos del comercio contienen generalmente algo menos de hidrógeno de la cantidad estequiométrica. Así, los hidruros comerciales pueden tener 1,98 moles de hidrógeno por mol de metal. Se ha encontrado que se consiguen mejores resultados si los hidruros se "tratan térmicamente" o se "recuecen" antes de utilizarlos. El tratamiento térmico (sumisión del hidruro a temperaturas



desde aproximadamente 100°C hasta aproximadamente 400°C du-
 rante 1 a 24 horas) hace que el hidrógeno se separe gra-
 dualmente. Cuando la composición llega a ser de 1,65-1,80
 moles de hidrógeno por mol de metal, se prepara un agente
 5 de soplado fino. Estos agentes producen hidrógeno a un
 ritmo reducido. Por consiguiente, se dispone de más tiem-
 po para mezclar los materiales con el metal fundido. Este
 mayor espacio de tiempo disponible conduce por sí mismo a
 un mezclado más uniforme. Tal mezclado y la mayor lenti-
 10 tud del desprendimiento de hidrógeno conducen a un tamaño
 de poro más pequeño y más uniforme.

Los agentes acrecentadores de la viscosidad de
 esta invención son argón, nitrógeno, aire, oxígeno, dióxi-
 do de carbono, y agua. El mecanismo por el cual estos agen-
 15 tes aumentan la viscosidad de las aleaciones fundidas es
 desconocido; por otra parte, el mecanismo puede ser dife-
 rente en cada caso. Se cree que el argón hace aumentar la
 viscosidad por algún mecanismo físico. Por otra parte, puede
 pensarse en explicaciones químicas del espesamiento por el
 20 CO₂. Una prueba experimental de ello es la producción de
 pequeños fuegos superficiales en algunos casos cuando se
 trata la aleación fundida con CO₂. En algunos casos, se
 ha observado un olor semejante al del acetileno a continua-
 ción del tratamiento con CO₂.

El estado físico del agente acrecentador de la
 viscosidad no es crítico. En otros términos, es posible
 utilizar sólidos, líquidos, o gases. Por ejemplo, el CO₂
 puede encontrarse en estado sólido o en estados gaseosos;
 el agua puede emplearse como agua líquida, hielo, o vapor
 30 de agua. El nitrógeno puede emplearse como gas o como líquido



criogénico. El agente espesante puede utilizarse en cualquier estado físico que exhiba, y conseguirse así un aumento de viscosidad.

5 Para conseguir el espesamiento, se añade el agente incrementador de la viscosidad a la aleación fundida. Se evita la solidificación trabajando a temperaturas suficientemente altas. Las temperaturas empleadas por los inventores están comprendidas usualmente dentro del campo que va desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 10 90°C por encima del punto del comienzo de la solidificación de la aleación. Se ha observado que el aumento de viscosidad es de menor duración a temperaturas más altas.

15 En general, las temperaturas utilizadas son superiores a 600°C, pero inferiores a 760°C. Para muchas aleaciones, el campo de temperatura está comprendido entre aproximadamente 650° y aproximadamente 720°C. A estas temperaturas, el aumento de viscosidad es prácticamente "permanente". En muchos casos, el aumento durará aproximadamente media hora o más. Este es un tiempo suficiente para un tratamiento ulterior, tal como el de preparación 20 de una masa esponjosa. El aumento de viscosidad persistirá incluso después de breves permanencias a temperaturas algo más altas. Si se desea mantener la viscosidad durante períodos de tiempo mayores, podrá añadirse más agente 25 espesante cuando la aleación fundida comience a "diluirse".

La duración del aumento de la viscosidad parece ser inversamente proporcional a la temperatura. No obstante, si se desea operar a temperaturas superiores, puede añadirse mayor cantidad del agente acrecentador de la viscosidad. Dicha cantidad mayor de agente se puede añadir 30



inicialmente, o, si se desea, agregarse posteriormente como incremento cuando el fundido comienza a "diluirse".

Para conseguir el aumento de viscosidad, es preciso incorporar el agente acrecentador de la viscosidad a toda la masa de la aleación fundida. En otros términos, no basta simplemente con tratar la superficie del fundido con el agente. Así pues, es necesario mezclar el agente en la masa del fundido a tratar. Esto puede hacerse por cualquier procedimiento de mezclado conocido en la técnica, tal como una agitación eficiente.

La cantidad de agente acrecentador de la viscosidad que es preciso añadir no se conoce con certeza. Ello se debe a que es inevitable que se pierda cierta cantidad del agente durante el mezclado. Dicha pérdida es semejante a la eliminación de gotitas de agua existentes sobre una placa caliente. Tal pérdida es debida a la disparidad entre la temperatura de la aleación fundida y el agente acrecentador de la viscosidad. Como puede verse por el uso de aire o nitrógeno líquidos, o de CO₂ sólido, la diferencia de temperatura puede ser muy grande.

Utilizando una velocidad de agitación de 100 a 3000 r.p.m. aproximadamente, se emplean generalmente 0,25-6,0 gramos de agente acrecentador de la viscosidad por cada porción de 100 gramos de aleación; preferiblemente, de 0,5-5,0 gramos.

- Más preferiblemente, para
- CO₂, se prefiere utilizar de 1 a 3 gramos,
 - H₂O, se emplean de 1 a 6 gramos,
 - aire, se emplean de 0,5 a 3 gramos,
 - N₂, se añaden de 1 a 4 gramos,

25 MAR 1977



- argón, se utilizan de 1 a 4 gramos,
por cada porción de 100 gramos de aleación.

5 El agente acrecentador de la viscosidad debe añadirse rápidamente, preferiblemente en un período de 15 segundos a 3 minutos. El tiempo puede aumentarse si se utiliza una cantidad de agente proporcionalmente mayor.

10 La presión a la que se añade el agente acrecentador de la viscosidad a la aleación fundida no es crítica. Así, pueden utilizarse presiones sub-atmosféricas, superatmosféricas o presiones ambiente. En la mayoría de los casos, no existe gran ventaja en utilizar presiones inferiores a la del ambiente. Se prefieren presiones como la del ambiente. No obstante, en algunos casos puede utilizarse con ventaja una mayor presión, por ejemplo hasta de 105 kg/cm² manom. Tales presiones pueden tender a "forzar" el mezclado del agente de soplado con la aleación fundida, retardando el recipiente cerrado y la mayor presión el escape del agente acrecentador de la viscosidad.

20 Los agentes acrecentadores de la viscosidad de esta invención no actúan en todos los aspectos como un gas de soplado tal como el hidrógeno. Producen una expansión mucho menor que una cantidad equivalente de hidrógeno. Por ejemplo, la expansión debida al CO₂ es en algunos casos de sólo 1/8 a 1/10 de la expansión debida a una cantidad equivalente de hidrógeno. En otros casos, la expansión producida por el CO₂ es menor.

25 El aumento de viscosidad producido por los agentes de esta invención depende de la presencia de un metal promotor aleado con el aluminio. Metales promotores adecuados son estaño, silicio, y magnesio. Dichos metales de-



5 11 1971

ben estar presentes como mínimo en una cantidad tal que su proporción sea del 1,2% en peso del metal promotor. No se tiene conocimiento de ningún límite superior crítico en la cantidad de metal promotor, pero se prefiere utilizar aleaciones de aluminio que contengan desde aproximadamente 2 a aproximadamente 35% en peso de metal promotor. Se prefieren aleaciones que tengan hasta aproximadamente 7% en peso de metal promotor. Las aleaciones que tienen desde aproximadamente 4 a aproximadamente 7% en peso de magnesio son las más preferidas.

En muchos casos, se pueden citar como aplicables las siguientes reglas generales:

- (1) Para una cantidad dada de agente acrecentador de la viscosidad, el aumento de viscosidad es proporcional a la cantidad de metal promotor.
- (2) El aumento de viscosidad es proporcional a la cantidad de agente acrecentador de viscosidad empleada.
- (3) Cuanto mayor es la temperatura, tanto menor es la duración del aumento de la viscosidad.
- (4) Cuanto más alta es la temperatura, tanto mayor es la cantidad de agente requerida para producir un aumento de viscosidad dado.

En el procedimiento de esponjamiento de esta invención puede utilizarse una gran diversidad de agentes de soplado. En general, pueden utilizarse todos los agentes de soplado descritos en la técnica anterior. Algunos agentes de soplado son intrínsecamente mejores que otros. Sin embargo, fundamentalmente, para cualquier agente de soplado

376684

25 M 

do, las esponjas de esta invención poseen tamaños de poro más pequeños y más uniformes que las esponjas producidas a partir del mismo substrato metálico que no se ha hecho más viscoso.

5 De todos los agentes de soplado conocidos, se prefiere utilizar hidruros metálicos. De entre éstos, se prefiere utilizar hidruros complejos o simples que posean las características de soplado óptimas. Tales hidruros son aquellos que se descomponen para producir hidrógeno gaseoso a la temperatura del material que se desea convertir en esponja y liberan el hidrógeno gaseoso a un ritmo no demasiado rápido. De tales hidruros son preferibles los hidruros de titanio, hafnio, o zirconio, especialmente el último. Es posible utilizar los "dihidruros" del comercio, así como los hidruros recocidos de composición inferior a la estequiométrica.

15 La cantidad de hidruro (u otro agente de soplado) empleado depende de la cantidad de esponjamiento que se desee. En otros términos, si se desea producir una esponja densa, se utilizará menor cantidad de agente de soplado que cuando se prepara una esponja de menor densidad. Es preferible producir esponjas que tengan una densidad del 20% ó inferior. Dicho de otro modo, es preferible producir esponjas que no pesen más de aproximadamente el 20% del peso --para un volumen dado-- del metal sin expansionar.

25 Para tales esponjas se utilizan desde aproximadamente 0,2 a aproximadamente 1,0 gramos de HfH_2 , TiH_2 , ó ZrH_2 comerciales, por cada porción de 100 gramos del metal fundido a esponjar. Un intervalo preferido está comprendido aproximadamente entre 0,5 y 0,6 gramos.

25 MAR



A fin de producir una esponja adecuada, es preciso que se supere un límite inferior de temperatura. Este límite inferior se encuentra fácilmente. Se utiliza una temperatura por encima de la cual el metal a expansionar está fundido, y superior a la temperatura requerida para hacer que el gas en cuestión produzca la masa esponjosa. En lo que a esto se refiere, es deseable también utilizar una temperatura de esponjamiento a la cual el gas de soplado no se forme a una velocidad incontrolable. Por lo demás, se utiliza una temperatura a la cual el fundido es suficientemente viscoso. Teniendo en cuenta tales consideraciones, se lleva a cabo el esponjamiento a temperaturas comprendidas en el intervalo que va desde aproximadamente 650° hasta aproximadamente 800°C, prefiriéndose utilizar temperaturas comprendidas aproximadamente entre 670° y 705°C.

Se prefiere llevar a cabo el procedimiento de esponjamiento a la presión ambiente. Pueden utilizarse presiones mayores o menores. En muchos casos, no se consigue ninguna ventaja especial por trabajar a presiones inferiores a la atmosférica, y tales presiones son perjudiciales porque "promueven" el desprendimiento de gas de soplado fuera de los confines de la masa que se esponja. Cuando se desea utilizar presiones superatmosféricas, pueden emplearse presiones de hasta 105 kg/cm² manom. o superiores.

Como se ha indicado antes, los autores de la invención producen la esponja utilizando masas metálicas fundidas que se han hecho más viscosas. En otros términos, se utilizan masas fundidas que se han tratado previamente con un agente incrementador de la viscosidad. No es deseable



utilizar una masa que haya perdido su viscosidad aumentada requerida. De acuerdo con ello, se prefiere utilizar masas pre-tratadas que se hayan hecho más viscosas antes de que haya transcurrido aproximadamente media hora a contar desde el momento del aumento de la viscosidad. Por supuesto, se pueden utilizar aleaciones fundidas que se hayan hecho más viscosas más de media hora antes de la etapa de soplado si está todavía presente la viscosidad requerida. A este respecto, conviene mencionar que el aumento de viscosidad será más duradero si la aleación se hace más viscosa en el primer momento o si se añade una nueva cantidad de agente incrementador de la viscosidad cuando la aleación "se diluye". La incorporación adicional de agente incrementador de la viscosidad puede hacerse una vez, dos veces, o con mayor frecuencia, según se requiera.

Cuando se lleva a cabo la etapa de soplado de esta invención, el agente de esponjamiento debe mezclarse con la masa de fundido a esponjar. Cuanto más uniforme sea el mezclado, tanto mejor es la esponja conseguida. Puede utilizarse cualquier modalidad de mezclado comprendida dentro de la técnica del mezclado eficiente de materiales en líquidos. Se prefiere utilizar una agitación eficiente, así como formar una mezcla de agente de soplado-aleación sustancialmente homogénea en un período de tiempo lo más breve posible. En la mayoría de los casos, se obtienen resultados satisfactorios cuando la mezcla agente de soplado-aleación es sustancialmente homogénea en un minuto o menos, pero se prefiere utilizar una agitación tal que se consiga prácticamente la homogeneidad en 10 segundos aproximadamente.



A fin de comprender ulteriormente la preparación de una esponja metálica de acuerdo con el procedimiento de esta invención, se da el procedimiento ilustrativo preferido siguiente:

5 (1) Calentar aproximadamente 4000 gramos de aleación en un crisol de inducción a 700-760°C.

(2) Después de fundir, agitar el fundido de tal manera que prácticamente "se mueva" la totalidad del mismo, es decir, con una gran caída de viscosidad a aproximadamente 100-3000 r.p.m.

(3) Añadir 10-60 gramos de CO₂ en polvo por cada 1000 gramos de aleación dentro de un período de tiempo de 1-3 minutos. Puede producirse algo de inflamación y olor semejante al del acetileno.

15 (4) Llevar la mezcla viscosa a la temperatura deseada para la etapa de esponjamiento, 650° a 800°C (un intervalo preferido es de 670° a 705°C).

(5) Añadir suficiente cantidad de agente de soplado para dar la densidad de esponja deseada. Cuando se utilice hidruro de zirconio, añadir suficiente cantidad del hidruro -- para incorporarla a la masa que se desea esponjar --

25 aproximadamente 1,2 g de ZrH₂ por cada 100 g de aleación; para un producto denso de 144 a 176 g/l que tenga poros de 3,17 a 6,35 mm

aproximadamente 0,9 gramos de ZrH₂ por cada 100 g de aleación; para un producto de 176 a 224 g/l que tenga poros de 1,59 a 3,17 mm

30 aproximadamente 0,6 g de ZrH₂ por cada 100 g de aleación para un producto de 240-288 g/l que tenga poros



de 3,17 a 0,79 mm.

La adición puede llevarse a cabo con agitación, p. ej. de 100-3000 r.p.m. y, una vez que se ha incorporado la totalidad del agente de esponjamiento, aumentando la velocidad de agitación a 6000-10000 r.p.m.

(6) El esponjamiento real puede llevarse a cabo en un molde cuyas superficies internas definen la forma del producto esponjado. El molde puede ser abierto o cerrado, según se desee. Cuando es abierto, la superficie de la "parte superior" o "techo" del producto será usualmente de forma irregular. Cuando el molde es cerrado, todas las superficies del producto esponjado pueden ser tal como las define el molde, y usualmente tendrá lugar una menor formación de ampollas o de poros de gran tamaño.

Cuando se lleva a cabo un procedimiento de esponjamiento por cargas, no hay mucho tiempo entre la adición del agente de esponjamiento y la producción de gas de soplado, en especial si la temperatura de la masa a esponjar es comparativamente alta. Esto significa que para dispersar uniformemente el agente de soplado, ha de tener lugar una dispersión rápida. Esto puede conseguirse con alta velocidad de agitación, la cual se puede utilizar opcionalmente con tabiques de desvío en el recipiente de mezclado. Como se ha implicado arriba, se prefiere tener una temperatura del metal fundido comparativamente fría, a fin de que el gas de soplado no sea expulsado del agente de soplado a tal velocidad que sea imposible conseguir un esponjamiento satisfactorio.

Puede utilizarse un hidruro metálico modificado para reducir la velocidad de desprendimiento de hidrógeno.

25 MAR



Estos hidruros metálicos son composiciones no-estequiométricas en las cuales el contenido de hidrógeno es menor que el que puede predecirse por la valencia del metal. Así por ejemplo, con hidruro de titanio o de zirconio podría esperarse un compuesto de fórmula TiH_2 ó ZrH_2 . Existen materiales comerciales sustancialmente conformes a tales fórmulas, y a partir de ellos se preparan hidruros modificados por calentamiento a una temperatura comprendida aproximadamente entre 100° y $400^{\circ}C$. El período de calentamiento está comprendido en general aproximadamente entre 1 y 24 horas. Se prefiere llevar a cabo el procedimiento de calentamiento en una atmósfera inerte (una atmósfera de protección de nitrógeno, argón o un gas inerte similar). Es más conveniente utilizar la presión ambiente que presiones subatmosféricas o superatmosféricas. Estas pueden emplearse si se desea, y en muchos casos se consigue un cambio en la duración del período de calentamiento y/o en la temperatura del procedimiento. Por ejemplo, cuando se utilizan presiones superiores a la atmosférica, por ejemplo de hasta aproximadamente 105 kg/cm^2 manom., usualmente es deseable elevar la temperatura del procedimiento y/o la duración del tiempo de calentamiento. Inversamente, cuando se emplean presiones inferiores a la atmosférica, pueden utilizarse temperaturas comparativamente bajas y/o períodos de calentamiento más cortos.

Pueden producirse esponjas satisfactorias utilizando los procedimientos de esta invención. Para la producción de esponjas de calidad superior utilizando estas técnicas, se dan como líneas de guía los cinco puntos siguientes:

376684



Ante todo, se prefiere espesar a una temperatura comprendida dentro de un cierto intervalo por encima de la temperatura del líquido, como se ha indicado arriba. La temperatura de tratamiento debe ser prácticamente constante en toda la masa del metal a tratar. En otros términos, para los resultados óptimos, no debería haber variaciones de temperatura mayores de 150°C, por ejemplo, en toda la masa del metal fundido a espesar. Teniendo esto presente, se prefiere operar de tal modo que el metal fundido se encuentre en un estado más o menos próximo al equilibrio antes de la adición del agente de espesamiento.

Para resultados óptimos, debe presatarse atención a una buena técnica de mezclado. En otras palabras, la geometría del recipiente de mezclado no está determinada únicamente por requisitos de capacidad, sino que, óptimamente, se selecciona a fin de adaptarse bien al equipo de mezclado utilizado.

A fin de conservar el agente acrecentador de la viscosidad, se emplea un mezclado satisfactorio. Se prefiere aplicar la tecnología de mezclado de tal manera que "mueva" o agite sustancialmente la totalidad de la masa de metal fundido que se esté tratando. Se ha encontrado que son adecuadas técnicas eficientes de agitación. Se prefiere para ello utilizar un equipo de agitación que sea eficiente a altas viscosidades, por ejemplo 10.000-30.000 centipoises. Se ha encontrado que es adecuado un "Cowles Dissolver" ó "Premier Hi Vis Dispersator", con su cabezal de mezclado de alta viscosidad. Cuando se incorpora el agente acrecentador de la viscosidad, se utilizan tiempos de mezclado como los que se han indicado anteriormente en esta

25



memoria.

La adición de agente de esponjamiento se lleva a cabo usualmente a una temperatura menor que la adición del agente acrecentador de la viscosidad. Así, en la mayoría de los casos, se prefiere enfriar el fundido viscoso antes de añadir el agente de esponjamiento. En muchos casos, lo mejor es llevar a cabo el enfriamiento en un segundo recipiente, esto es, en un recipiente distinto de la cámara caliente en la que haya tenido lugar el acrecentamiento de la viscosidad.

Preferiblemente, las paredes del segundo recipiente se precalientan dentro de un intervalo de $\pm 50^{\circ}\text{C}$, preferiblemente de $\pm 20^{\circ}\text{C}$, de la temperatura de esponjamiento a utilizar. Después de ello se añade al mismo el material viscoso y se deja que alcance la temperatura ambiente.

La temperatura de esponjamiento depende más o menos de la viscosidad de la masa fundida. Para aquellas masas que son altamente viscosas, se puede tolerar, y se prefiere, utilizar temperaturas comparativamente altas. Para materiales menos viscosos, se emplean temperaturas más bajas. Dado que la presencia de magnesio hace aumentar la viscosidad, la temperatura de esponjamiento dependerá en parte de la concentración de magnesio. Cuando se utiliza una aleación con 1,2% en peso de magnesio, son óptimas temperaturas de 650°C aproximadamente. Para aleaciones de base aluminio que tengan 2,2 y 7% en peso de magnesio, las temperaturas óptimas para la adición del agente de soplado son aproximadamente de 635° y 615°C , respectivamente.

Algunas aleaciones de aluminio-silicio se carac-

25 MAR



terizan por tener mayor fluidez que el aluminio puro. Para estas aleaciones de utilizan a veces temperaturas de 530-570°C aproximadamente cuando se añade el agente de soplado. Por supuesto, como en el caso de otras aleaciones,
5 Al-Mg, por ejemplo, es posible utilizar mayores temperaturas si la fluidez se compensa por adición de una mayor cantidad de agente de espesamiento, tal como CO₂.

Cuando se dispersa el agente de soplado en la masa a esponjar, lo mejor es procurar un mezclado rápido,
10 locual dará lugar a masas esponjosas más homogéneas. Por ello, se prefiere utilizar técnicas de mezclado de alta velocidad, las cuales dispersaran rápidamente el agente de soplado por toda la masa fundida. Por consiguiente, se utilizan las consideraciones de mezclado arriba indicadas
15 cuando se estudia la adición del agente acrecentador de la viscosidad.

Después de la adición del agente de soplado, se deja que se esponje la masa, Esto puede hacerse por una diversidad de métodos, por ejemplo, en un molde abierto o
20 cerrado. Si el esponjamiento se produce en un molde abierto, la superficie espuesta de la masa esponjada puede adquirir una forma irregular, Cuando se hace en un molde cerrado, la esponja resultante puede adquirir forma definida por el molde.

25 Por supuesto, para la mayoría de los fines, el tamaño de la cámara de esponjamiento deberá ser suficiente para contener la masa que se expande. La temperatura de los costados del recipiente (en el que tiene lugar el esponjamiento) no debe ser demasiado fría. Si lo es,
30 se formará una película no-soplada indeseablemente gruesa .



Si los costados del recipiente están demasiado calientes, aparecerán en la superficie esponjada poros indeseablemente grandes. En resumen, por una regulación adecuada de las temperaturas del molde se pueden regular la suavidad y el espesor de la superficie del artículo acabado.

Si tiene un caracter crítico la conformidad sustancial del producto esponjado con el tamaño y la forma del recipiente de reacción, entonces deberán tomarse medidas para distribuir uniformemente la masa que se esponja en el molde. Así, por ejemplo, en aquellos casos en que el mezclado del agente de soplado y la aleación no ha tenido lugar en el molde en que se produce la masa esponjosa, deben tomarse medidas para añadir la masa de una manera tal que se llene óptimamente el molde. Por ejemplo, puede agitarse el molde a fin de que la masa llegue a los rincones del mismo.

El molde no deberá enfriarse demasiado bruscamente --de lo contrario, la masa esponjosa no sería uniforme--.

EJEMPLO I

Se fundió una muestra de una aleación magnesio-aluminio que tenía 7% en peso de magnesio y 0,2% en peso de Mn, con un peso de 3173 g. Se hizo pasar nitrogeno gaseoso, a un caudal de 8 litros por minuto, a través de la aleación fundida durante 5 minutos. El nitrógeno gaseoso se difundió en la aleación fundida a través de un tubo cerámico aproximadamente 5 cm por debajo de la superficie. Se agitó la aleación a 2500 r.p.m. aproximadamente durante la introducción del nitrógeno. Se comenzó la agitación cuando la aleación estaba a 670°C, y al final de la introducción

376684

25 MAR



del nitrógeno, la temperatura era de 550°C.

5 Se calentó la aleación a 725°C, y se transfirió a un horno de mantenimiento. El aumento de viscosidad observado al final del período de introducción de 5 minutos era todavía apreciable después de alcanzar los 725°C. La aleación --antes de la introducción del nitrógeno-- tenía una viscosidad verdadera de 13,8 aproximadamente, y después de alcanzar los 725°C la viscosidad era aproximadamente de 29 cP. Sin embargo, la aleación presentaban una gran
10 resistencia a fluir.

Se repitió el procedimiento anterior utilizando una segunda carga de la aleación que pesaba 3185 g. El caudal de nitrógeno fué de 7 litros por minuto; el tiempo de introducción del nitrógeno, 5,4 minutos.

15 Se combinaron las dos cargas en un crisol calentado a 670°C. Se dejó enfriar la masa metálica a 680°C. Se agitó dicha masa a 6000-10.000 r.p.m. y se añadieron 40 g de hidruro de zirconio, ZrH_2 , a lo largo de un período de introducción de 8,6 segundos. Después de ello, se coló
20 en un molde. La capacidad del molde era aproximadamente 8-9 veces mayor que el volumen de las cargas combinadas de líquido sin soplar.

La mezcla se esponjó hasta llenar el molde (cerrado). Se secciono la masa esponjosa resultante, demostrándose que tenía una estructura de poro fino y totalmente
25 uniforme, con una densidad aproximada de 400 g/l (una densidad del 15% aproximadamente de la densidad de la aleación no-esponjada).

30 Se obtienen resultados similares cuando la cantidad de nitrógeno utilizada está comprendida aproximada-

25 MAR.



mente entre 40 y 60 litros por cada 3000 g de aleación.
Se obtienen también resultados análogos cuando estas cantidades de nitrógeno se introducen a lo largo de un período comprendido entre 2 y 5 minutos aproximadamente. Se obtiene resultados similares cuando el nitrógeno gaseoso se introduce en la aleación a temperaturas de 650 a 710°C.
Se obtienen resultados similares cuando se utilizan aleaciones que tienen de 1,2-35% en peso de magnesio, silicio, o estaño. Se obtienen resultados similares cuando se utilizan de 0,2 a 1,0 gramos de TiH_2 , ZrH_2 ó HfH_2 por cada porción de 100 g de aleación metálica.

Cuando se introdujo el nitrógeno gaseoso en la aleación fundida, se observó un humo blanco sobre la aleación. Además, el eje de agitación expuesto a esta atmósfera quedó recubierto con un polvo blanco fino que, analizado, resultó ser de óxido de magnesio. Esta formación de óxido de magnesio no se observa cuando se utiliza dióxido de carbono o aire como agente acrecentador de la viscosidad. Evidentemente, el barrido con nitrógeno arrastra algo de magnesio a la atmósfera, el cual reacciona con el oxígeno de la misma para formar el humo blanco.

EJEMPLO II

Este procedimiento se llevó a cabo sobre tres cargas de una aleación aluminio-magnesio que tenía 7% en peso de magnesio y 0,2% en peso de Mn.

La carga (a) de dicha aleación, 3130 g, se calentó a 715°C. Utilizando un eje de agitación hueco y un mezclador adecuado, se introdujo argón en la aleación fundida. La velocidad de introducción del argón fué de 16 litros/minuto; el tiempo total de paso del argón fué de 3 minutos.

25 

La introducción del argón enfrió la aleación a 604°C. La aleación presentaba una gran resistencia a fluir. Esta gran disminución de fluidez fué también apreciable después de calentar la aleación a 704°C.

5 La carga (b) de dicha aleación, 14300 g. se fundió y se calentó a 704°C. A través del eje de agitación hueco se introdujeron 16 litros/minuto de argón durante 2 minutos. Tal introducción de argón enfrió la aleación a 649°C. La alta viscosidad observada se mantenía todavía
10 después de recalentar la aleación a 738°C.

 La carga (c) de dicha aleación, 1730 g, se calentó a 715°C y, mientras se agitaba eficientemente, se introdujeron 16 litros de argón por minuto a través del eje de agitación hueco durante 2 minutos. Esto enfrió el fundido a 682°C, a cuya temperatura el fundido era muy viscoso.
15

 Se combinó la totalidad de las tres cargas de aleación viscosa en un crisol mantenido a 730°C. Se dejó que el metal alcanzase los 685°C. A dicha temperatura, se añadieron 40 g de ZrH₂, que se dispersaron rápidamente durante 6,7 segundos.
20

 La masa espesada se transfirió por gravedad a un molde de 37,5 x 37,5 x 11,3 cm. (La temperatura del molde era aproximadamente de 300°C). La masa espesada era demasiado espesa para verterse bien por gravedad al molde; por
25 ello, sólo aproximadamente el 85% de la masa alcanzó el molde.

 Se cerró el molde con una tapa. Se mantuvo durante 5 minutos a 300°C, y se retiró luego de la cámara de moldeo. Se sacó del molde la pieza colada esponjada.
30



El seccionamiento reveló que la pieza colada era una masa esponjosa esencialmente uniforme de poro fino, que tenía una densidad de aproximadamente 288-320 gramos/litro.

5 Se obtienen resultados similares cuando se emplean de 1 a 4 gramos de argón por cada porción de 100 g de aleación fundida, y cuando se utilizan de 0,6 a 1,2 g de ZrH_2 por dicha porción de aleación. Se obtienen resultados similares cuando el argón se introduce durante un período de 1-4 minutos y la temperatura de la aleación es de 660-710°C.

EJEMPLO III

15 Una muestra de 2265 g de la misma aleación utilizada en el Ejemplo II se calentó a 704,4°C. En ausencia de aire, y agitando, se introdujeron 11 litros de nitrógeno por minuto en la masa fundida durante 5 minutos. (El nitrógeno se introdujo a través de un eje de agitación hueco, utilizando una velocidad de agitación de 2000-3000 r.p.m.) El fundido era todavía muy viscoso después de recalentarlo a 748,9°C.

EJEMPLO IV

25 Una muestra de 2120 g de la misma aleación utilizada en el Ejemplo III se calentó a 704,4°C. Agitando con un agitador que tenía un eje de agitación hueco --a una velocidad de 2000-3000 r.p.m.-- se introdujo gas argón en la masa fundida a través del eje, a un caudal de 16 l/minuto. La introducción de argón se llevó a cabo a este caudal durante 5 minutos.

30 El paso del gas redujo la temperatura de la masa a 704,4°C, e hizo que aumentase acusadamente la viscosidad



del metal fundido. Este acusado aumento de viscosidad fué todavía apreciable cuando la aleación fundida se recalentó a 760°C.

EJEMPLO V

5 Una muestra de 3235 g de una aleación de aluminio que tenía 70 en peso de Mg y 0,2% en peso de Mn se calentó a 704,4°C y se pasaron 28 g de CO₂ gaseoso por la masa fundida durante 2,5 minutos. La adición de CO₂ se llevó a cabo mientras se agitaba vigorosamente, y el CO₂ se introdujo a través de un tubo sumergido de cobre. Los 5 cm inferiores del tubo sumergido se corroyeron durante la adición. La temperatura del metal fundido se redujo a 637,8°C durante la adición del gas, y la viscosidad de la aleación fundida aumento acusadamente.

10
15 Otra muestra de la aleación de 3225 g. se calentó a 704,4°C y se trató con CO₂ gaseoso. Esta vez, se disolvieron en el fundido aproximadamente 7,5 cm de tubo de inmersión. El CO₂ añadido ascendió a 85 g y el tiempo de adición fué de 2,7 minutos. (La disolución del cobre puede explicar la gran cantidad de CO₂ requerida para espesar esta carga). La viscosidad fué acusadamente alta, y la temperatura del fundido descendió a 593,3°C durante la adición de CO₂.

20
25 Las dos cargas de fundido viscoso se combinaron en un crisol de mezclado que se encontraba a una temperatura de 670°C. Cuando la masa metálica alcanzó una temperatura de 685°C, se añadieron 40 g de ZrH₂ al mismo tiempo que se agitaba eficientemente a 6000-10000 r.p.m. (Durante la adición del ZrH₂, se produjo un fallo mecánico por el cual el eje de agitación cayó al crisol de mezclado). No obstante, la aleación metálica con el hidruro dis-

25 MAR



persado se pasó luego por gravedad a un molde de 37,5 x 37,5 x 11,3 cm --molde que se encontraba a 301,7°C--. Debido a su alta viscosidad, la alimentación por gravedad al molde fué deficiente --quedó "retenida" una gran cantidad de fundido viscoso--: Así, sólo se llenó aproximadamente el 85% del molde.

5

Después de enfriar y abrir el molde, se obtuvo una pieza colada esponjosa, uniforme y de poros muy finos, que tenía una densidad de 400 g/l.

10

Se obtienen resultados similares cuando se emplean de 0,5 a 6,0 gramos de CO_2 por cada porción de 100 g de aleación. Se obtienen resultados similares cuando se utilizan las mismas cantidades de CO_2 sólido (finamente dividido) o líquido a 700-760°C. Se obtienen resultados similares cuando la aleación a esponjar contiene de 1,2 a 35% en peso de magnesio, silicio, o estaño. Se obtienen resultados similares cuando el CO_2 se añade a una temperatura comprendida entre 20°C y 90°C por encima del punto líquido de la aleación. Se obtienen resultados similares cuando la cantidad de agente de esponjamiento ZrH_2 está comprendida entre 0,6 y 1,2 g por cada 100 g de aleación a 650-705°C.

15

20

EJEMPLO VI

Una muestra de 3355 g de una aleación aluminio-magnesio que tenía 7% en peso de Mg y 0,2% de Mn se calentó a 715,6°C. Mientras se agitaba eficientemente, se introdujo aire en la aleación durante 3,5 minutos a un caudal de 16/ l/minuto. Esto hizo que aumentase acusadamente la viscosidad del metal fundido, al mismo tiempo que la temperatura descendió a 626,7°C. El aumento acusado de la viscosi-

25

30



dad persistió cuando la aleación fundida se calentó a 726,7°C.

Otra carga de 1260 g de la misma aleación se calentó a 682,2°C. Mientras se agitaba eficientemente, se añadió aire a la aleación durante 5 minutos a un caudal de
5 15,5 litros/minuto. Esto hizo que la temperatura descendiese a 571,1°C, aumentando acusadamente la viscosidad.

Utilizando un crisol de mezclado a 695°C, las cargas combinadas de aleación viscosa se llevaron a 679°C y se esponjaron con 30 g de ZrH_2 . El hidruro se incorporó
10 durante 5,1 segundos, con agitación eficiente.

El fundido tratado con hidruro se introdujo en un molde como en los ejemplos anteriores. Se obtuvo una pieza colada esponjosa aceptablemente uniforme y de poros finos.

Se obtienen resultados similares cuando la cantidad de aire está comprendida entre 0,5 y 3 g por cada porción de 100 g de aleación. Se obtienen resultados similares cuando la aleación contiene de 1,2 a 35% en peso de magnesio, silicio, o estaño. Se obtienen resultados similares cuando el aire se introduce a una temperatura de 20°C a 90°C por encima de la temperatura líquida (o de licuefacción) de la aleación. Se obtienen resultados similares cuando la cantidad de hidruro de zirconio es de 0,6-1,2 g por cada porción de 100 g de aleación y el hidruro se añade a 670-705°C.
15
20
25

EJEMPLO VII

Una muestra de 1500 g de una aleación de aluminio que tenía 7,5% en peso de magnesio y 0,2% en peso de manganeso se calentó a 690°C. Agitando eficientemente, se añadieron 90 ml de agua al metal fundido, a lo largo de un pe-
30



riodo de 5 minutos. El agua se añadió mientras la temperatura del metal era de 676,7-704,4°C.

5 La adición de agua hizo aumentar la viscosidad del fundido. El fundido se transfirió a un crisol a 610°C y momentos antes de producirse el esponjamiento la temperatura del crisol se llevó a 690°C. Se añadieron rápidamente 10 g de hidruro de zirconio, con agitación eficiente a 4500-6500 r.p.m.

10 Se dejó que el fundido tratado con hidruro se esponjase en el crisol de mezclado, produciéndose una masa esponjosa de poros finos.

15 Se obtiene resultados similares cuando se utilizan de 1 a 6 g de agua y de 0,6 a 1,2 g de hidruro de zirconio por cada porción de 100 g de aleación que contiene 1,2-35% en peso de silicio, estaño o magnesio, cuando el agua se añade a una temperatura de 20-90°C por encima de la temperatura líquida de la aleación y el ZrH_2 se añade a 670-705°C.

EJEMPLO VIII

20 Utilizando una porción de 1627 g de una aleación que contenía 7% en peso de magnesio y 0,2% en peso de manganeso, se llevó a cabo el siguiente experimento.

25 Se calentó la muestra de aleación a 740°C y se aumentó su viscosidad por adición de CO_2 (sólido). El material "espesó" se transfirió a un crisol de mezclado a 690°C y, mientras se agitaba enérgicamente, se añadieron 20 g de HfH_2 . Se produjeron algunas pequeñas detonaciones. Se dejó que la muestra se esponjase en el crisol de mezclado.

30 Esta solicitud que corresponde a la presentada



en Estados Unidos de América el 19 de Febrero de 1.969, bajo el número 800.724, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- REIVINDICACIONES -

10

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

15

1º.- Un procedimiento para producir un perfil sólido de un metal de base de aluminio esponjado añadiendo un agente de soplado tal como un hidruro de zirconio, hafnio o titanio y luego solidificando, caracterizado porque un agente de espesamiento que es dióxido de carbono, nitrógeno, aire, agua o un gas inerte tal como argón se mezcla con el metal fundido antes de que sea añadido el agente de soplado.

20

2º.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha aleación contiene desde alrededor de 2 hasta alrededor de 35 por ciento en peso, preferiblemente de 4 a 7 por ciento en peso, de un metal activador que es magnesio, silicio o estaño.

25

3º.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se emplean desde alrededor de 0,25 hasta alrededor de 6,0 gramos de agente de

30

25 MAR 1970

espesamiento por cada porción de 100 gramos de dicha aleación.

5 4^o.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho agente de soplado es un hidruro de zirconio, hafnio o titanio que ha sido calentado para reducir el contenido de hidrógeno a menos de la cantidad teórica.

10 5^o.- Un procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque dicho agente de soplado tiene la fórmula MH_n en la que M es titanio o zirconio y n tiene un valor de alrededor de 1,65 a 1,80.

15 6^o.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicha aleación fundida se mezcla con dicho agente de espesamiento a una temperatura de desde alrededor de 20^o hasta alrededor de 90^oC por encima de la temperatura de licuefacción de dicha aleación.

20 7^o.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la masa fundida viscosa se trata con dicho agente de soplado a una temperatura de desde alrededor de 650 hasta 720^oC.

8^o.- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN PERFIL SOLIDO DE UN METAL DE BASE DE ALUMINIO ESPONJADO.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 25 MAR 1970

P.A.

30

376684

Alberto de la Cruz
Por Poderes

24-3-70

R.M.J.

- 30 -