



424861

PATENTE DE INVENCION

BR 1655

=====

F.C. 18-12-75

Int. 11 e 23c

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA ALEACION MADRE DE ALUMINIO-TITANIO-BORO.

Solicitante: ALUMINIUM PECHINEY, entidad francesa, residente en 28 rue de Bonnel, 69003 LYON, Francia.

El presente invento se refiere a un procedimiento para preparar aleaciones madres a base de aluminio que contienen titanio y boro, destinadas al afinado del grano de las aleaciones de aluminio.

5

Las propiedades del titanio y del bo

424061

- 2 -



ro en lo que respecta al afinado del grano son bien conocidas desde hace largo tiempo, así como el procedimiento de introducción de estos elementos por medio de aleaciones madres (patente francesa 932.575).

5 Sin embargo, la elaboración de tales aleaciones madres presenta ciertas dificultades, y los resultados obtenidos en cuando al afinado de los granos difieren muy sensiblemente según la composición de la aleación y de su forma de preparación.

10 En un procedimiento descrito en la patente francesa 2.133.439, se ponen en contacto dos masas de aluminio fundido a temperaturas elevadas (superiores a 100°C) que contienen una titanio disuelto y la otra boro disuelto. Se forman cristales de diboruro de titanio, insolubles en el aluminio. En este caso es necesario enfriar la mezcla de forma muy enérgica para evitar el cruzamiento de los cristales de TiB_2 , que disminuiría la eficacia de la aleación madre.

15 Se debe pues efectuar la mezcla de las dos masas fundidas y el enfriamiento del conjunto de forma casi simultánea, lo que exige un equipo costoso, tanto para la mezcla como para el enfriamiento, y obliga a trabajar sobre cantidades muy pequeñas a la vez.

20 Otro procedimiento, descrito en la patente francesa 1.264.974, consiste en hacer reducir por el aluminio fundido un fluorotitanato y un fluoborato alcalino. Este procedimiento conduce a aleaciones madres de calidad conveniente, pero las fluosales son productos muy costosos y además se descomponen a temperatura poco elevada, 75°C para el fluoborato, dando fluoruro de boro que se volatiliza. Además

25

30 de las pérdidas en boro que ello ocasiona, la toxicidad de --

424861 - 3 -



BF_3 exige una cristalización de recuperación muy cuidada, lo cual grava el precio de coste.

5 El presente invento se refiere a la producción de aleaciones madres que dan excelentes resultados en su empleo, siendo la obtención más simple y menos costosa que las aleaciones madres anteriormente conocidas.

10 La aleación madre según el invento - contiene en peso 0,2 a 0,8% de boro y su contenido en titanio se halla definido por la relación $\text{Ti} - 2,2 \text{ B} \geq 3,9\%$. Comprende una matriz formada por una proporción ponderante de granos de dimensión inferior a 30 micras y por cristales de TiB_2 de un tamaño medio inferior a una micra, dispersos en su mayor parte a lo largo de las juntas de granos de la matriz.

15 Con preferencia, se presenta en forma de granalla, de un empleo particularmente práctico.

El procedimiento para obtener la --- aleación según el invento comprende tres etapas:

20 1ª) formación de diboruro de titanio por acción de aluminio líquido sobre el óxido de titanio y el óxido de boro en solución en la criolita $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{NaF}$ fundida;

2ª) mezcla de los reactivos efectuando un buen vaciado de las materias primas;

25 3ª) temple de la aleación madre obtenida por enfriamiento muy rápido, preferentemente por colada del metal líquido en agua, lo que permite obtener la grana---lla.

Con preferencia, la etapa 1 se descomponen a su vez como sigue:

30 la - preparación de un baño de aluminio a temperatura elevada superior a 1050°C y de una solución

424801

- 4 -



de dióxido de titanio en criolita a una temperatura sensiblemente idéntica;

lb - puesta en contacto de las dos masas líquidas;

5

lc - introducción de óxido de boro en la mezcla.

Con preferencia, los pesos de aluminio, de TiO_2 y de B_2O_3 se escogen de forma que se tenga en la aleación madre:

10

$0,2 \leq B \leq 0,8$ en peso y

Ti - $2,2 B \geq 3,9\%$ en peso.

15

Se ha comprobado en efecto que un contenido en boro inferior a 0,2% disminuye la eficacia de la aleación madre, en tanto que para un contenido superior a 0,8% ésta no aumenta, si bien el precio de coste se ve afectado. La regla relativa al contenido en titanio corresponde al hecho de haber descubierto que un contenido mínimo en titanio no combinado al boro mejora aun más la eficacia. El titanio no combinado al boro se encuentra en la aleación sobre todo en forma de aluminuro de titanio, que cristaliza en agujas visibles en las micrografía.

20

25

Ya se ha descrito el procedimiento consistente en hacer reaccionar el aluminio con un óxido metálico refractario en solución en criolita, en particular en la patente británica 915.693, pero cabría esperar que el diboruro de titanio que se formase fuera afectado por el fenómeno señalado en la patente francesa 2.133.439 citada anteriormente, o sea un crecimiento rápido de los cristales, lo que habría necesitado en enfriamiento brusco inmediatamente después del comienzo de la reacción. Se ha comprobado, de modo sor-

30

424861



- 5 -

5 prendente, que no hay nada de eso, y que los cristales de TiB_2 formados, cuyo tamaño medio es del orden de 1 micra, no evolu-
cionan en el baño líquido, y conservan sus dimensiones inclu-
so después de una estancia de una semana a temperatura eleva-
da. Es por tanto posible prolongar el contacto del aluminio y
de la criolita tanto tiempo como sea necesario para obtener el
agotamiento de ésta. En la práctica, el contacto entre los --
dos líquidos se efectúa con preferencia por el método de los
transvases. La temperatura del baño sube primero, debido a --
10 que la reacción es exotérmica, hasta $1300-1500^{\circ}C$, y después -
desciende nuevamente cuando se agota la criolita. Puede consi-
derarse que la reacción se termina cuando la temperatura al--
canza $900^{\circ}C$ aproximadamente.

15 A continuación podría enfriarse el -
metal en un molde para obtener un lingote.

El examen microscópico de la alea- -
ción madre así obtenida muestra una matriz formada de alumi--
nio cristalizado en granos de 50 a 300 micras y más, atravesada
por cristales en aguja de aluminio de titanio, y en la - -
20 cual los granos de TiB_2 , de dimensión del orden de la micra,
se reúnen en su mayoría hacia las juntas de granos, donde for-
man montones.

Si, conforme al procedimiento del in-
vento, se procede a la solidificación de la aleación madre --
25 por enfriamiento de tal manera que el tamaño de los granos de
la matriz no sobrepase 30 micras, se comprueba que los crista-
les de TiB_2 están en forma muy dispersa, de una parte porque
las juntas de granos son más numerosas y de otro lado porque
una parte de los cristales de TiB_2 se dispersa en el interior
30 mismo de los granos.

424861

- 6 -



La comparación de los resultados obtenidos por introducción en aluminio de aleación madre en la --
cual se dispersa el TiB_2 y de aleación madre colada en lingotes de forma clásica, muestra que la dispersión multiplica la
5 eficacia de la aleación en un factor de 1,5 aproximadamente.

Para efectuar el enfriamiento de tal manera que el tamaño de los granos de la matriz no sobrepase
30 micras, el procedimiento más simple consiste en colar el -
metal líquido en agua. También puede proyectarse el metal lí-
10 quido en un chorro de aire comprimido. Se forma así una grana
lla o un polvo fino que, por otra parte, es de un empleo par-
ticularmente práctico, y que se mezcla bien al metal a tra- -
tar.

Es sorprendente e inesperado que los
15 cristales de TiB_2 , que se utilizan a continuación como gérme-
nes de cristalización, se encuentran aquí en las juntas de --
grano, si bien cabría esperar encontrarlos en el centro de --
los cristales. Este hecho, a cotejar con la observación igual-
mente sorprendente de que no cambian de dimensión permanecien-
20 do en el baño líquido, hace suponer, a título de hipótesis ex-
plicativa y no limitativa, que su modo de formación confiere
a los cristales de TiB_2 propiedades físico-químicas de super-
ficie que inhibirían sus reacciones con el aluminio, desapa-
reciendo estas propiedades en un medio más diluido para dejar
25 reaparecer las propiedades conocidas de afinado del grano.

NOTA

Descrita suficientemente la natura--
leza del invento, así como la manera de realizarlo en la prác-
tica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormen-
30 te indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en

424861

- 7 -



cuanto no alteren su principio fundamental. Tambien se hace -
constar que el invento corresponde a una solicitud de patente
presentada en Luxemburgo con fecha 4 de abril de 1.973, bajo
el número 67,355, acogiéndose por tanto a los beneficios que
5 conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo --
que constituye la esencia del referido invento y por lo que -
se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre:
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA ALEACION MADRE DE ALU
MINIO-TITANIO-BORO; caracterizándose por lo siguiente:

10 1ª.- Procedimiento para la producción
de una aleación madre de aluminio-titanio-boro, caracterizado
porque comprende las siguientes etapas:

15 - formar diboruro de titanio por ac-
ción de aluminio líquido sobre óxido de titanio y óxido de bo
ro en solución en criolita fundida;

- mezclar los reactivos efectuando -
una buena colada de las materias primas;

20 - templar la aleación madre obtenida
por enfriamiento y solidificación de forma muy rápida.

25 2ª.- Procedimiento según la reivindi-
cación 1, caracterizado porque prepara primero un baño de alu-
minio fundido y una solución de dióxido de titanio en la criol-
lita, y tras haberlos puesto en contacto se agrega el óxido -
de boro a la criolita.

30 3ª.- Procedimiento según la reivindi-
cación 1, caracterizado porque el aluminio y la criolita se -
hallan a una temperatura de al menos 1050^oC cuando se ponen -
en contacto.

4ª.- Procedimiento según la reivindi-
cación 1, caracterizado porque se cuela la aleación madre cuen

30

424861



- 8 -

do la temperatura, tras haber subido, desciende a 900°C.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el metal líquido se cuele en agua.

5

6ª.- Procedimiento para la producción de una aleación madre de aluminio-titanio-boro; tal y como queda sustancialmente indicado en la presente Memoria.

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

Madrid, 22 MAYO 1974

ALUMINIUM PECHINEY.

J. GÓMEZ ACEBO Y CAÑAS

En F. Firmado: L. Gasto Fernández