

OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: **2 118 020**

② Número de solicitud: 9401972

⑤ Int. Cl.⁶: C22C 1/10

C22C 32/00

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

② Fecha de presentación: **19.09.94**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **01.09.98**

Fecha de concesión: **26.02.99**

④ Fecha de anuncio de la concesión: **01.07.99**

④ Fecha de publicación del folleto de patente:
01.07.99

⑦ Titular/es:
**Industria Española del Aluminio, S.A.
INESPAL
José Abascal, 4
28003 Madrid, ES**

⑦ Inventor/es: **García Cordovilla, Consuelo;
Louis Cereceda, Enrique y
Pamies Guerrero, Aurelio**

⑦ Agente: **Ungría Goiburu, Bernardo**

⑤ Título: **Procedimientos de fabricación de materiales compuestos a base de aluminio y/o sus aleaciones y partículas cerámicas.**

⑤ Resumen:

Procedimiento de fabricación de materiales compuestos a base de aluminio y/o sus aleaciones y partículas cerámicas.

Comprende el mezclado vigoroso de las partículas con el metal en estado líquido en las siguiente condiciones: (1) tiempo de incorporación de las partículas 2-3 minutos y tiempo de dispersión 15-45 minutos; (2) temperatura de mezcla 50°C por encima del líquido; (3) agitación a 1500-2500 rpm con un agitador de diseño especial; (4) el mezclado se realiza a vacío a una presión inferior a 60 mbar o en atmósfera de argón cuando no se utilice vacío; (5) tamaño partículas cerámicas superior a 10 μm; entre otros. Múltiples aplicaciones en la fabricación de materiales para artículos deportivos, mercado del automóvil, recubrimientos para obtener superficies autodeslizantes y resistente al desgaste y a la corrosión, etc.

ES 2 118 020 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

DESCRIPCION

Procedimiento de fabricación de materiales compuestos a base de aluminio y/o sus aleaciones y partículas cerámicas.

Campo técnico de la invención

Esta invención se refiere a la fabricación de materiales compuestos de aluminio (y sus aleaciones) y partículas cerámicas, mediante la técnica de mezcla directa de los dos componentes, encontrándose el metal en estado líquido.

Estado de la técnica anterior a la invención

La bibliografía que existe sobre el objeto de la presente invención es muy extensa. Diversos autores han desarrollado y puesto a punto una gran variedad de procesos que permiten la mezcla directa del aluminio y sus aleaciones con materiales cerámicos en forma de partícula o fibra corta. Los primeros trabajos de cierta relevancia se remontan al año 1974. Se discutirá esta literatura con referencia a las principales características del proceso.

(I) Materiales

El criterio utilizado por la mayoría de los autores para elegir una combinación particular de aleación /material cerámico es el de lograr la máxima mojabilidad compatible con una reacción limitada entre los dos materiales. Por ejemplo las aleaciones Al-Mg se han utilizado en general con partículas o fibras cortas de alúmina, debido a la reacción entre la alúmina y el magnesio (para formar espinelas) que aumenta la mojabilidad entre los dos materiales [(1). US 4,786,467: Process for preparation of composite materials containing nonmetallic particles in a metallic matrix and composite materials made thereby. M.D. Skibo, D.M. Schuster. Dural Aluminium Composites Corp. Nov. 1988. (2). B.F. Quigley, G.J. Abbaschian, R. Wunderlin y R. Mehrabian, "A method for fabrication of aluminium-alumina composites", Met.Trans. A, Vol 13A, 1982, 93-100. (3).P.K. Ghosh y S. Ray, "Effect of missing parameters on the microstructure of compocast Al(Mg)-Al₂O₃ particulate composite", Z. Metallkde., vol.80, 1989, 53-59. (4). P.K. Ghosh y S.Ray, "Particle dispersion and fluid-particle interaction in a slurry of liquid Al-Mg alloy and Al₂O₃ particles, vol.29, 1988, 509-519. (5). P.K. Ghosh y S. Ray, "Influence of process parameters on the porosity content in Al(Mg)-Al₂O₃ cast particulate composite produced by vortex method", AFS Transactions, vol.214, 1988, 775-782. (6). P.K. Ghosh, S. Ray y P.K. Rohatgi, "Incorporation of alumina particles in aluminium-magnesium alloy by stirring in melt", Trans.Japan Inst.of Metals, vol. 25, 1984, 440-444 (28) US 3,728,108 Process for the production of reinforced composite alloys R. Siffering, C. Guichard y J.C. Soiret, Societe Industrielle de Combustible Nuclearie Abril 1973. (29) US 4,473,103 Continuous productions of metal alloys composites M.P. Kenney, K.P. Young y A.A. Koch International Telephone and Telegraph Corporation Septiembre 1984. (30) F.M. Hosking, F. Folgar Portillo, R. Wunderlin y Mehrabian, "Composites of aluminium alloys: fabrication and wear behaviour", J. Mater. Sci., vol. 17, 1982, 443-451]. Por su parte, las aleaciones con alto contenido en silicio se utilizan con SiC, con objeto de reducir la formación de Al₄C₃ [(1).(7). R.Mehrabian, R.G. Rick y M.C. Flemings, "Preparation and casting of metal-particulate non-metal composites", Met. Trans., vol. 5, 1974, 1899-1905. (8). F.A. Grot, L.Albingre, J.M. Quenissat y R. Naslain, "Rheocasting Al matrix composites", Journal of Metals, Nov. 1987, 18-21] compuesto químico que deteriora las propiedades del material compuesto. Otro método para reducir la formación del carburo de aluminio que ha sido utilizado para muchos autores, consiste en oxidar las partículas de carburo de silicio [(9). WO 89/00614: Preparation of Composite Masterials M.D. Skibo, D.M. Schuster. Dural Aluminum Composites Corporation; Alcan International Limited. Jul. 1988. (10). J.Narciso, C. García-Cordovilla y E. Louis, "Reactivity of thermally oxidized and unoxidized SiC particulares With aluminium-silicion alloys", Mater. Sci. and Engineer., Vol. B15, 1992, 148-155.]; de este modo se incrementa la mojabilidad y, al mismo tiempo, el carburo de aluminio es sustituido por la alúmina que se forma en la reacción del aluminio con el óxido de silicio. Un método dirigido a incrementar la mojabilidad, seguido por varios grupos es añadir elementos que reduzcan la tensión superficial del aluminio e incrementen la mojabilidad reduciendo el espesor de la capa de óxido que lo cubre o su resistencia mecánica [(11). H. Ohtsu, Proc. de la Conf. "Design and Manufacturing of Advanced Composites", ASM. International, Ohio, USA, 1989, 187-199]. Todas estas tecnologías han sido desarrolladas durante estos últimos años en un buen número de laboratorios.

(II) *Tipo de horno*

Aunque este punto no parece esencial, conviene resaltar que mientras en las primeras etapas se utilizaron con profusión los hornos de inducción, en la actualidad predominan los hornos de resistencias más comunes. El incremento de la agitación que podría generarse en un horno de inducción no se ve compensado por las dificultades técnicas que generan su instalación.

Como se verá más adelante, en el procedimiento de la presente invención también se utilizan hornos de resistencias.

(III) Estado del metal

Este aspecto del procedimiento ha sido objeto de grandes controversias y, en opinión del solicitante, tiene una gran importancia. Inicialmente se consideró que si el metal estaba en estado semi-sólido se incrementarían las fuerzas de cizalla durante la agitación, lo que favorecería la introducción de las partículas [(7).(12). M.K. Surappa y P.K. Rohatgi, "Preparation and properties of cast aluminium-ceramic particle composites", J. Mat.Sci., vol. 16, 1981, 983-993. (13) M.K. Surappa y P.K. Rohatgi, J. Mater. Sci., Vol. 4, 1981, 41. (14) Al Sato y R. Mehrabian, "Aluminum matrix composites: fabrication and properties", Met. Trans., vol. 7b, 1976, 443-451. (15) F.M. Hosking, F. Folgar Portillo, R. Wunderlin y R. Mehrabian, "Composites of aluminium alloys: fabrication and wear behavior", J. Mater. Sci., vol, 17, 1982, 477 (30) F.M. Hosking, F. Folgar Portillo, R. Wunderlin y Mehrabian, "Composites of aluminium alloys: fabrica-

tion and wear behaviour", J. Mater. Sci., vol. 17, 1982, 443-451.]. Este hecho, unido a los descubrimientos realizados en el Massachusetts Institute of Technology [(16) M.C. Flemings, "Behavior of metal alloys in the semisolid state", Metall. Trans. A, vol. 22A, 1991, 957-981.] en el sentido de que una mezcla de un líquido con partículas sólidas más o menos esféricas, reduce su viscosidad efectiva si es agitado, inclinó a la mayoría de los autores a realizar la mezcla en estado semi-sólido [(3) a (6), (7), (12) a (15), (30), (17) P.K. Ghosh y S. Ray, "Influence of holding temperature and stirring speed on the surface reaction layer on Al₂O₃ particles embeddet in compocast Al-Mg alloy", Z.Metallkade., vol. 81, 1990, 525-529]. La tendencia actual es trabajar en estado líquido [(2), (9), (11), (28), (29)] por dos razones: i) la mezcla en estado semi-sólido requiere un control mucho más preciso de la temperatura, y, ii) la agitación en estado semi-sólido incrementa el vórtice favoreciendo el entrapamiento de gases en el metal líquido. Considerando que en estos materiales el proceso de desgasificación debe reducirse a un mínimo o incluso eliminarse totalmente, ya que los gases que se emplean para desgasificar pueden arrastrar a las partículas hacia la superficie, no parece aconsejable un proceso que incremente el contenido de gases.

(IV) *Atmósfera en la que se efectúa la mezcla*

De nuevo, en este punto, la variedad de soluciones adoptadas es muy grande. Aunque los primeros prototipos trabajan en vacío [(7), (14), (15), (28), (29)], en desarrollos posteriores la mezcla (agitación) se realiza en atmósfera inerte [(11) a (13) y (18) M.Vasudevan y M.K. Surappa, Proc. de la Conf. "Mechanical Bahariour of Materials - VI", vol. 3. Pergamon Press. Oxford (UK), 1992, 157-162.], e incluso algunos autores la efectúan al aire [(6) y (17)]. Estos autores comprobaron por otra parte el papel enormemente negativo que la porosidad tiene sobre las propiedades del material compuesto. La tendencia actual es la realización de todo el proceso de agitación en un vacío moderado (no puede ser excesivamente alto si se añaden elementos con presiones de vapor altas). Por otra parte en la referencia [(8)] se muestra cómo la realización de la mezcla al aire dificulta enormemente la incorporación de fibras cortas, mostrando, asimismo, cómo un vacío no excesivamente bajo (0.1 KPa) cambia radicalmente el resultado.

(V) *Sistema de agitación*

Este es, probablemente, uno de los aspectos cruciales de todo el proceso de fabricación. La importancia de este aspecto del proceso se resalta de manera especial en la Referencia [(19) J. Masounave y F. Marchand, Proc de la Conf "Advances in Production and Fabrication of Light Metais and Metal Matrix Composites", Montreal (Canadá), 1992, 521-530.]. La variedad de agitadores utilizados es enorme, y muchos autores no describen en detalle las características del suyo. Los agitadores con aspas inclinadas respecto del eje del agitador y/o rotadas respecto de la horizontal, tienden a incrementar el vórtice favoreciendo de ese modo la mezcla. Por contra este incremento del vórtice conlleva un aumento notable del entrapamiento de gases. La identi-

cación de este problema ha inclinado a muchos autores a utilizar aspas totalmente planas [(2)]. Otro método para reducir el vórtice en la superficie es utilizar deflectores [(2) y (9)], bien estáticos o bien girando en sentido opuesto a las aspas de agitación. Estos deflectores pueden diseñarse de forma que barran las paredes del crisol, reduciendo de ese modo la concentración de partículas en zonas adyacentes lo cual evita el rascado manual de las paredes de crisol. El vórtice se puede igualmente reducir introduciendo el agitador en el metal líquido con su eje inclinado respecto de la vertical [(8); (20) C. Millére y M. Suéry, "Fabrication and propieties of metal matrix composites based on SiC fiebre reinforced aluminium alloys", Mat. Science and Thecn., Vol. 4, 1988, 41-51. (21) H. Ribes, M. Suéry, G. L'Esperance y J.G. Legoux, "Microscopic examination of the interface region in 6061-Al/SiC composite reinforced with as-received and oxidized SiC particles", Metall. Trans. A, vol. 21A, 1990, 2489-2496.] o situado de forma asimétrica en el crisol.

(VI) *Método para la adición de las partículas*

La mayoría de los procesos desarrollados incorporan las partículas de manera continua durante el proceso de agitación. Este método, sin embargo, presenta numerosas dificultades técnicas y es de dudosa eficacia. En la patente [(9)] las partículas se adicionan en distintas etapas de mezcla, siempre con el agitador en reposo. Según se especifica en la patente es necesario adicionar las partículas en al menos tres ocasiones para alcanzar concentraciones del 15%.

A pesar de todos los estudios y avances en este tipo de procedimientos, continua siendo necesario seguir investigando para mejorar aún más las condiciones operativas para facilitar el proceso y para obtener productos de mayor calidad. En esta línea la presente investigación proporciona un procedimiento con unas condiciones operativas muy precisas y estudiadas que superan en su mayor parte los inconvenientes y desventajas de la técnica anterior.

Descripción detallada de la invención

La presente invención, tal y como se indica en su enunciado, se refiere a un procedimiento de fabricación de materiales compuestos a base de aluminio y/o sus aleaciones y partículas cerámicas.

Se describe un proceso mediante el cual se fabrica un material compuesto de matriz de aluminio, y sus aleaciones, con partículas cerámicas (preferentemente de alúmina y carburo de silicio), mediante la mezcla vigorosa de estas con el metal en estado líquido. La mezcla debe hacerse de forma que se consiga una dispersión uniforme de las partículas en la matriz, manteniendo la cantidad de gases atrapados en un nivel mínimo. Una agitación vigorosa no sólo permite un atrapamiento mecánico, sino que favorece la mojadura de las partículas por un efecto de limpieza abrasiva sobre las partículas. La agitación es preciso continuarla hasta que se asegure una buena interfase matriz/cerámica. Los parámetros importantes del proceso son la temperatura del metal líquido, la velocidad y tiempo de agitación, y la presión parcial de oxígeno durante la mezcla. Otros factores son el tipo y tamaño de las partículas reforzantes, el estado superficial de las

misma y la temperatura a la que éstas se incorporan.

El tiempo necesario para conseguir una buena mezcla depende del tamaño de las partículas, de forma que cuanto mayor es el diámetro de las partículas menor es su relación área superficial/volumen, menor es la energía superficial y por tanto más fácilmente puede éstas dispersarse en el aluminio fundido. El tiempo de mezcla depende igualmente de la aleación utilizada, aunque a un nivel menor. En el proceso que aquí se describe el tiempo de incorporación de las partículas es de unos pocos minutos (2 a 3), mientras que el tiempo de dispersión puede oscilar entre 15 min. y 45 min. dependiendo del tamaño de las partículas.

La temperatura a la que se realiza la mezcla no debe ser demasiado elevada para impedir que se formen, por reacción química, productos frágiles o solubles, sin embargo, algún tipo de reacción mejora la mojabilidad de las partículas. En el proceso aquí descrito se utilizan temperaturas de mezcla de aproximadamente 50°C por encima del líquido.

El efecto de la agitación sobre la mojadura de las partículas cerámicas no es del todo conocido. Está generalmente aceptable que el movimiento del líquido, alrededor de las partículas genera un efecto cizalla que ayuda a que se produzca una interacción entre las partículas y el metal líquido, por un "lavado" de los óxidos y otros productos no deseables de la superficie de las partículas. Esta acción de lavado facilita el que la superficie en contacto con el líquido se renueve constantemente. Una agitación vigorosa fuerza también a la partícula a penetrar en el líquido y acelerar la mojadura, por aumento instantáneo del área de contacto. Una agitación muy cizallante, puede ser útil en el caso de una mojadura incompleta, especialmente si existen aglomerados sin dispersar. Pensamos que uno de los mayores logros de la presente invención es el diseño del agitador. Es un agitador mecánico de doble aspa, diseñado de forma que el aspa superior presenta una gran acción de cizalla en el plano horizontal, capaz de evitar la formación de vórtice, el aspa inferior es un hélice capaz de empujar las partículas hacia el interior del líquido. Su eficacia está probada incluso a velocidades de agitación no demasiado elevadas. Sin embargo para conseguir mezclar de forma rápida y eficaz, se necesitan velocidades de agitación comprendidas entre 1500 y 2500 rpm. El aspa es de material metálico (hierro o acero preferentemente) recubierto de una pintura cerámica (base alúmina o nitruro de boro).

La naturaleza de la atmósfera que rodea el proceso es importante dado que si ésta reacciona con el metal o se incorpora en éste durante el mismo, puede afectar las propiedades del material resultante. La presencia de oxígeno incluso a presiones parciales pequeñas, forma capas de óxido sobre el metal limitando la interacción química entre la aleación y las partículas. La sustitución del oxígeno por otros gases no es tampoco una buena solución ya que para conseguir una buena mojadura de las partículas por el metal es deseable que ningún gas se interponga entre ellos. En los procesos que, como el presente, implican una

agitación vigorosa es muy difícil impedir que penetre gas en la mezcla por lo que es recomendable efectuarlo en vacío. En principio es suficiente una presión inferior a 60 mbar, no debiendo trabajarse a un vacío demasiado alto con objeto de impedir problemas relacionados con la evaporación de elementos volátiles. Durante los períodos de rotura del vacío es una práctica habitual trabajar bajo cobertura de una atmósfera de argón, gas menos activo que el oxígeno.

Otros factores de interés en el proceso son todos los relacionados con el tipo, tamaño y estado de las partículas. El tamaño de las partículas influye de forma que cuanto mayores sean más fácilmente se incorporan y dispersan sin formar agregados. La razón es clara, cuanto mayor es el diámetro de las partículas menor es la relación área superficial/volumen, y por tanto menor en su energía superficial. También es cierto que cuanto mayores sean las partículas más fácilmente se decantan una vez efectuada la mezcla. En el proceso que nos ocupa el tamaño de las partículas debe ser superior a 10 μm de diámetro.

La mojabilidad de las partículas está controlada exclusivamente por el estado superficial de las mismas en el momento de la mezcla. La forma en la que reaccionan con el metal líquido depende de la presencia en su superficie de posibles contaminantes orgánicos e inorgánicos, cantidad de agua adsorbida, capas de óxido etc [(10)]. Algunos de estos contaminantes puede ser utilizado positivamente para mejorar la mojabilidad de las partículas, pero otros, tales como el agua adsorbida, son el origen de una mala interfase e incrementan la cantidad de hidrógeno adsorbido en el aluminio fundido. Por esta razón las partículas cerámicas debe calentarse siempre antes de incorporarse el metal. La temperatura de precalentamiento recomendable es de 400°C o de 600°C si se tiene constancia de la presencia de contaminantes orgánicos [(10)]. La formación de una capa de óxido en las partículas del SiC favorece la reactividad de éste con el aluminio y por tanto la mojabilidad de las partículas, reduciendo la formación del carburo de aluminio (Al_4C_3), un compuesto químico que afecta muy negativamente a las propiedades del material compuesto. Sin embargo este no es un proceso necesario para la incorporación de partículas con el proceso que aquí se describe.

Uno de los métodos más utilizados para facilitar el proceso de mezcla consiste en la adición de elementos tensoactivos o que debiliten la capa de óxido. En la presente invención se propone un método que consiste en la adición simultánea de Si y Mg o metales similares, de modo que la relación entre sus concentraciones esté próxima, en su caso, a la relación estequiométrica en el siliciuro de magnesio. Este compuesto parece debilitar la capa de óxido que cubre el aluminio líquido, facilitando el contacto directo entre éste y las partículas cerámicas, y mejorando, de este modo, la mojabilidad. En su caso, el exceso de Si o de Mg con respecto a la relación en el siliciuro de magnesio, no parece afectar a la mojabilidad, aunque por supuesto si disminuye la tensión superficial del aluminio líquido.

La presente invención, tal y como se ha des-

crito en los párrafos precedentes, presenta importantes diferencias con los métodos de la técnica anterior que redundan en una mayor calidad del producto final obtenido al tiempo que facilita el proceso.

En los siguientes párrafos se tratará de poner de manifiesto tales diferencias con respecto a los aspectos considerados en el apartado de estado de la técnica.

Aunque, como se verá más adelante, lo más destacado de la presente invención sea la gran eficacia de su sistema de agitación que permite conseguir una distribución satisfactoria de las partículas en las condiciones menos favorables, es decir, baja mojabilidad y partículas pequeñas (por ejemplo partículas de alúmina y aluminio puro), en la presente invención se reclama también un procedimiento para la mejora de la mojabilidad.

El procedimiento consiste en elevar la cantidad de silicio de magnesio, ya que este compuesto mejora la mojabilidad. Este método está basado en los estudios realizados en los laboratorios de la empresa proponente mediante ensayos de infiltración a presión del metal líquido en muestras compactadas de las partículas cerámicas. [(22) A. Alonso, A. Pamies, J. Narciso, C. García-Cordovilla y E. Louis, "Evaluation of the wettability of liquid aluminum with ceramic particulates (SiC, TiC, Al₂O₃) by means of pressure infiltration", *Metall. Trans. A*, Vol. 21A, 1993, 1423-1432. (23) J. Narciso, A. Alonso, A. Pamies, C. García-Cordovilla y E. Louis, "Wettability of binary and ternary alloys of the system Al-Si-Mg with SiC particulates", enviado a *Scripta Metallurgica et Materialia*, en prensa].

Por lo que se refiere al estado del metal, en la presente invención se trabaja con el metal en estado líquido; y por lo que se refiere a la atmósfera, la mezcla (agitación) se inicia a presiones inferiores a 50 mbar, manteniéndose durante todo el proceso de mezcla un intervalo de presión comprendido entre 20 y 50 mbar.

Como ya se ha indicado anteriormente, la diferencia más significativa de la presente invención con respecto a desarrollos o invenciones anteriores, está en el sistema de agitación. Es interesante comparar las características del sistema de agitación propuesto en esta invención con el descrito en las patentes [(1), (9) y (24) US 4,759,995: Process for production of metal matrix composites by casting and composite therefrom. M.D. Skibo, D.M. Schuster. Dural Aluminium Composites Corp. Jul. 1988.]. Según el esquema presentado en las citadas patentes, el mezclador consta de varias paletas (cuatro en su diseño) no inclinadas respecto a la dirección de rotación pero sí respecto al eje perpendicular (entre 15° y 45°, [(25) US 5,028,392: "Melt process for the production of metal-matrix composite materials with enhanced particle/matrix wetting". D.J. Lloyd, A.D. McLeod, P.L. Morris, I. Jin. Alcan International Limited. Jul 1991. (26) US 4,713,11: Production of Aluminium-SiC composite using Sodium tetrasborate as an addition agent. T.B. Cameron, W.W. Swanson, J.M. Tartaglia, T.B. Cos. Amax Inc. Dec. 1987.]. En el diseño propuesto en la presente invención, el agitador consta de

dos aspas: la superior es plana y perpendicular al eje y la inferior tiene las dos paletas rotadas respecto de la horizontal en forma de hélice. El aspa plana está diseñada para compatibilizar una mezcla eficaz con una reducción significativa del vórtice, mientras que el diseño del aspa inferior pretende elevar su acción mezcladora al máximo posible. La optimización del agitador se realizó en mezclas de aceite de oliva y bolitas de poliestireno [(27) P.K. Ghosh y S. Ray, "A model study on the particle dispersion and fluid-particle interaction in slurry of liquid alloy and ceramic particle", *Trans. Japan Inst. of Metals*, vol. 29, 1988, 502-508.]. Este mezclador permite obtener una mezcla adecuada a partir de 1800 rpm, menor velocidad que la indicada en [(1), (9) y (24)] (un mínimo de 2500 rpm), y en un tiempo también inferior: 30-40 minutos en la presente invención frente a los 70 minutos de la citada patente [(9)].

La gran eficacia del sistema de agitación propuesto en la presente invención, permite adicionar la cantidad total de partículas al inicio del proceso, lo cual supone una gran mejora con respecto a desarrollos previos. Con referencia a este punto hay que resaltar que la cantidad máxima de material compuesto fabricada en el equipo descrito en la presente invención es de 50 kg, con un máximo del 20% de partículas. No obstante el solicitante cree que estos resultados podrían transferirse a equipos más grandes sin más que rediseñar adecuadamente el equipo de agitación.

Los materiales compuestos fabricados mediante la técnica descrita en la presente invención, presentan propiedades similares a las obtenidas por otros autores. Cabe resaltar las siguientes mejoras respecto de las aleaciones monolíticas: i) Propiedades mecánicas más altas, en particular el módulo de Young, el límite elástico y la dureza, ii) Estas propiedades disminuyen con la temperatura mucho más lentamente que en las aleaciones usuales de aluminio, iii) Una resistencia a la abrasión considerablemente más alta, iv) Un coeficiente de dilatación térmico más bajo. Por contra adolecen de una baja ductilidad. Dado que el proceso de mezcla directa no es muy costoso, y que las mejoras introducidas en la presente invención pueden suponer una fuerte incremento de la productividad, es de preveer que sean muchas las aplicaciones de estos materiales en un futuro no muy lejos. Actualmente están empezando a utilizarse los primeros productos fabricados con estos materiales aprovechando sus mejores cualidades frente a los monolíticos. Así se han fabricado artículos deportivos tales como raquetas de tenis, palos de golf, piezas para bicicletas, entre otros. Sin embargo la mayoría de las aplicaciones se orientan al mercado del automóvil aprovechando su buen comportamiento al desgaste, su mayor módulo de Young y su resistencia a temperaturas altas. Entre estas aplicaciones se pueden citar; pistones, bloques de motor, discos de freno, camisas de cilindros, superficies de cojinetes, etc.. Existe también la posibilidad de utilizar estos materiales compuestos en recubrimientos para obtener superficies antideslizantes y resistentes al desgaste y a la corrosión. Por el momento, y a pesar del esfuerzo de algunas compañías de ámbito Internacional, no se han introducido en los mercados de manera significa-

tiva.

Breve descripción de las figuras

Figura 1: Esquema del proceso de fabricación descrito en la presente invención.

Figura 2: Representación del agitador utilizado en el proceso de mezcla de la invención.

Figura 3: Micrografía mostrada la microestructura del material compuesto A356-SiC (15%) obtenido con el proceso de la invención.

a) Estado de colada, b) extruido.

Modos de realización de la invención

En esta sección se presentan dos ejemplos que ilustran la multitud de pruebas realizadas con distintos materiales (aleaciones de las familias Al-Si, AA7000, AA2000, AA6000, etc., y partículas de distintos grits). Los ejemplos han sido extraídos de las últimas pruebas realizadas en las que el equipo y el proceso estaban optimizados. Sin embargo, estos procesos no deben considerarse limitativos del alcance de la invención, el cual viene definido exclusivamente por la Nota Reivindicatoria adjunta.

Ejemplo 1

Fabricación y propiedades de material compuesto de aleación A339 y partículas de SiC (15% en volumen)

Este ejemplo ilustra la fabricación del A339-15% SiC_P. Se prepara la aleación A339 bien partiendo de los diversos aleantes, o bien mediante refusión de aleación previamente preparada. Una vez fundida se procede a su desgasificado y limpieza al uso tradicional (burbujeando con gas argón). Simultáneamente se introducen las partículas cerámicas (SiC_P, Grit-400, en cantidad suficiente como para conseguir un 15% en volumen del material en el contenedor existente y se calientan hasta la temperatura de adición (400-500°C). Las partículas no habían sido oxidadas previamente a alta temperatura (1000°C). Las aspas debidamente recubiertas con la pintura cerámica se introducen en el horno de precaldeo, que a este fin disponemos, y se calientan

hasta 500-600°C. Una vez limpio el metal y a una temperatura estable de 630-650° (≈50°C por encima de la temperatura de liquidus) se procede a añadir las partículas cerámicas colocando el contenedor sobre el crisol con el metal y las partículas cerámicas. Una vez depositada la totalidad de la cantidad de partículas elegida sobre la superficie del metal líquido, se introduce el aspa en el crisol, se cierra la cámara, se hace vacío y se inicia la mezcla, 1800-2200 rpm. Una vez finalizada la mezcla (25 -35 min), el material está listo para ser colocado, pudiéndose utilizar cualquiera de los métodos tradicionales. Si el tiempo al que debe permanecer el material antes de ser colocado es superior a 10-15 min es preciso mantener éste en movimiento para evitar que decanten las partículas cerámicas. Puede servir la agitación producida por un horno de inducción, o bien si éste no es el caso, se debe introducir un agitador mecánico trabajando a menos de 200 rpm; en este caso se empleó un agitador mecánico. La temperatura de colada, y en su defecto de mantenimiento de metal líquido en movimiento, debe ser de 679-690° (≈100°C por encima de las temperaturas de liquidus).

El material obtenido en este Ejemplo muestra una excelente resistencia a la abrasión. Un 75% superior a la del mismo material sin reforzante cerámico, e incluso un 10% superior a la fundición gris, con una considerable reducción en peso respecto a esta (2,5 veces).

Ejemplo 2

Fabricación de material compuesto de AA6061 y partículas de alúmina

Este ejemplo ilustra la fabricación de AA-6061/15% Al₂O₃ (Grit 500). Las diferencias respecto del proceso anterior se describen a continuación. La temperatura del metal durante el proceso de mezcla en esta ocasión fue de 680-690°C, mientras que la colada se realizó a 710-720°. La agitación se realizó a 2000 rpm durante 40 min. La adición de 1% de Mg, elemento que reacciona fuertemente con la alúmina, permitió lograr una distribución similar de partículas en menos tiempo de agitación (30 min).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de materiales compuestos a base de aluminio y/o sus aleaciones y partículas cerámicas mediante la mezcla vigorosa de ésta con el metal en estado líquido; **caracterizado** porque: (1°) el tiempo de incorporación de las partículas a la mesa de metal fundido es de 2-3 minutos, mientras que el tiempo de dispersión de las mismas oscila entre 15 y 45 minutos dependiendo del tamaño de las partículas; (2°) la temperatura a la que se realiza la mezcla es de aproximadamente 50°C por encima del líquidus; (3°) la agitación de la masa se lleva a cabo con un agitador mecánico de doble aspa, diseñado de forma que el aspa superior presenta una gran acción de cizalla en el plano horizontal, y el aspa inferior es una hélice capaz de empujar las partículas hacia el interior del líquido, empleándose veloci-

dades de agitación comprendidas entre 1500 y 2500 rpm, estando constituidas las espas por un material metálico seleccionado entre hierro y acero recubierto por una pintura cerámica a base de alúmina o nitruro de boro; (4°) la mezcla se lleva a cabo a un vacío correspondiente a una presión inferior a 60 mbar, empleándose una cobertura de atmósfera de argón durante los períodos en que no se utilice vacío; (5°) el tamaño de las partículas cerámicas es superior a 10 μm de diámetro; (6°) las partículas cerámicas se precalientan a una temperatura comprendida entre 400 y 600°C cuando se tenga constancia de la presencia de contaminantes orgánicos sobre su superficie; (7°) se añade simultáneamente Si y Mg o metales similares, de modo que sus concentraciones estén próximas a la relación estequiométrica en el siliciuro de magnesio para aumentar la movilidad.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

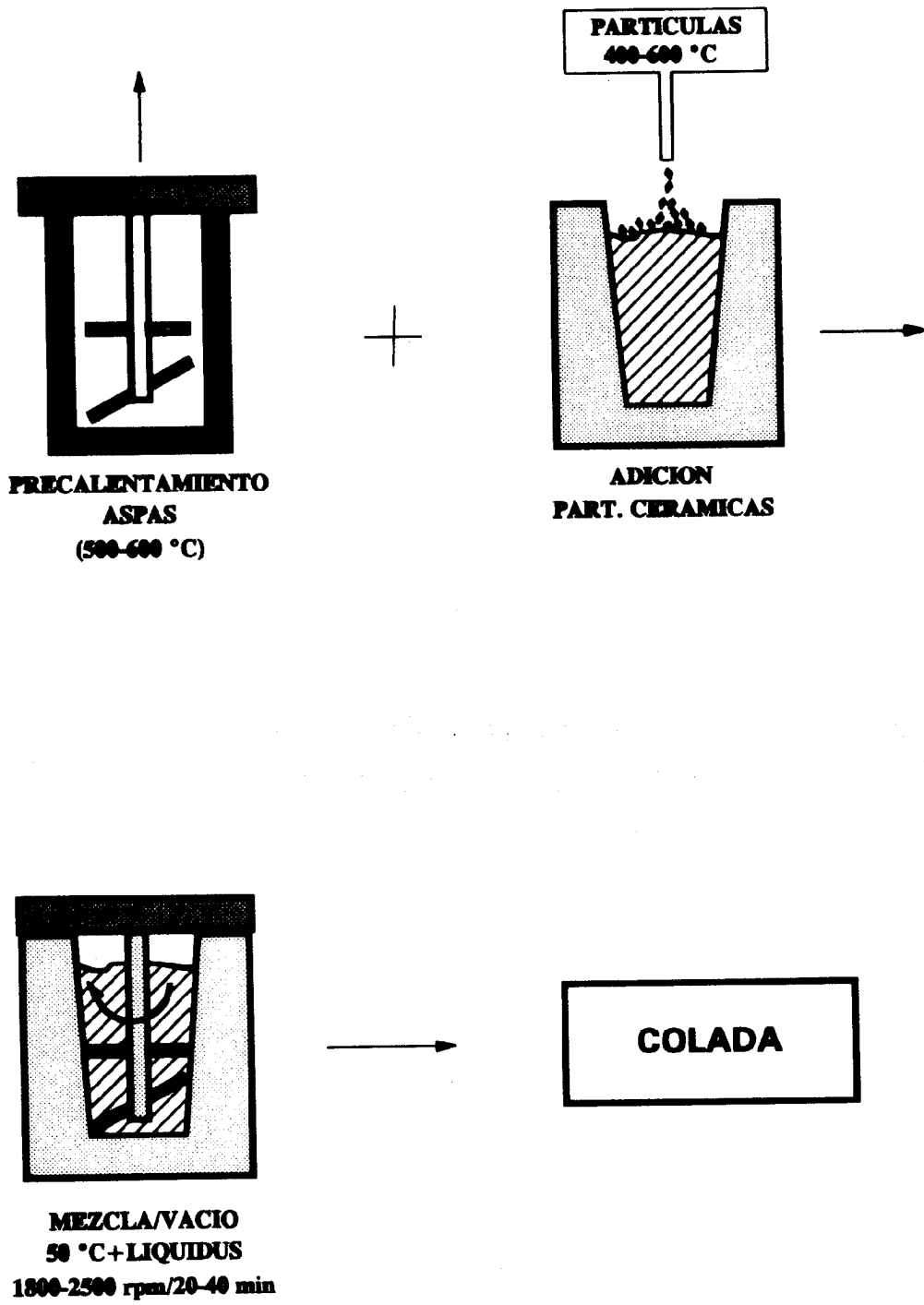


FIGURA 1

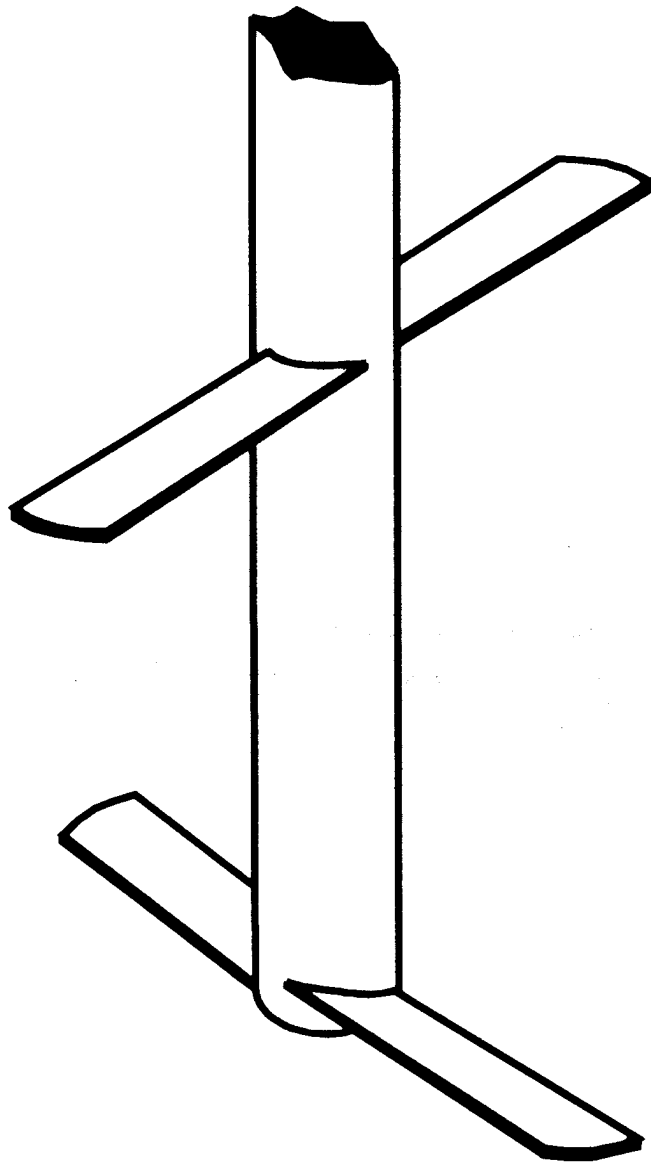
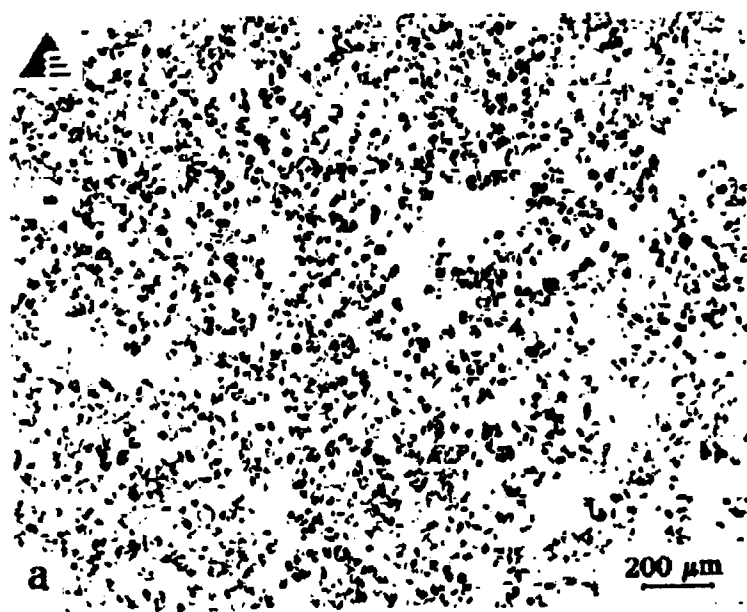
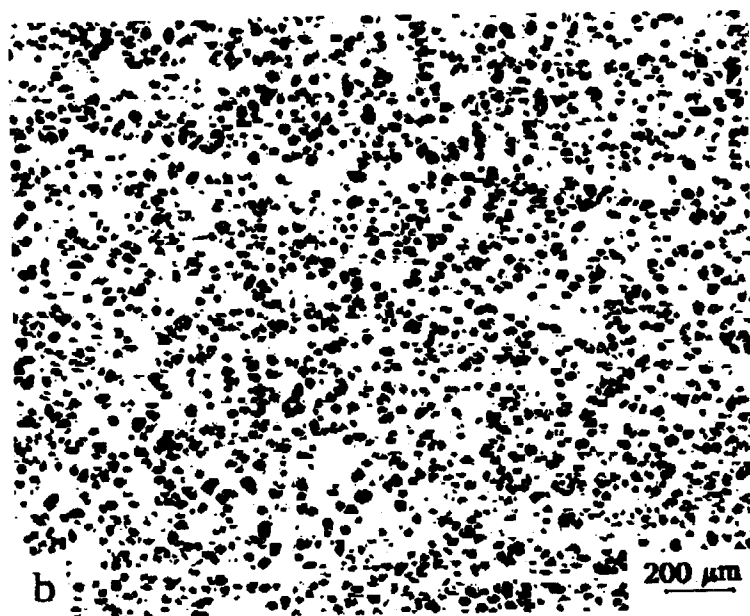


FIGURA 2



a) Material de colada.



b) Material extruido.

FIGURA 3



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

- ⑪ ES 2 118 020
- ⑲ N.º solicitud: 9401972
- ⑳ Fecha de presentación de la solicitud: 19.09.94
- ㉓ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.⁶: C22C 1/10, 32/00

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	US 5028392 A (ALCAN INTERNATIONAL LTD) 02.07.91 * Todo el documento *	1
A	WO 9215412 A (ALCAN INTERNATIONAL LTD) 17.09.92 * Páginas 13-18 *	1

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe 20.07.98	Examinador M.P. Corral Martínez	Página 1/1
---	---	----------------------