

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 318 764**

51 Int. Cl.:

**C22C 21/02** (2006.01)

**C22F 1/043** (2006.01)

**C22C 21/00** (2006.01)

**C22F 1/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA  
TRAS OPOSICIÓN

T5

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.06.2006 PCT/EP2006/006332**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.01.2007 WO07006426**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2006 E 06762282 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **22.05.2019 EP 1902149**

54 Título: **Procedimiento de producción de una hoja de aleación de aluminio de tipo Al-Fe-Si y hoja de la misma**

30 Prioridad:

**29.06.2005 EP 05014016**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente modificada:

**13.12.2019**

73 Titular/es:

**EUROFOIL LUXEMBOURG S.A. (100.0%)  
Z.I. Riedgen, P.O. Box 91  
3401 Dudelange, LU**

72 Inventor/es:

**HOWELLS, ANDREW, DAVID;  
HOELLRIGL, GUENTHER;  
DANIELOU, ARMELLE y  
LAURET, FLORENCE**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 318 764 T5

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de una hoja de aleación de aluminio de tipo Al-Fe-Si y hoja de la misma

La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de un producto de aleación de aluminio que tiene una galga inferior a 200  $\mu\text{m}$ . Se refiere también a un producto de aleación de aluminio que tiene una galga inferior al mismo valor y a envases para aplicaciones de envasado de alimentos fabricados de este producto de aleación de aluminio.

Se han usado durante muchos años aleaciones de aluminio como una hoja con fines de cocina doméstica, envasado de alimentos y otras aplicaciones. Se ha desarrollado para tales usos una serie de composiciones de aleación, e incluyen aleaciones basadas en las composiciones AA8006, AA8011, AA8111, AA8014, AA8015, AA8021 y AA8079 (en donde estas composiciones son las designadas por las normas reconocidas internacionalmente de la Aluminum Association of America). Pueden usarse también para aplicaciones de hoja aleaciones de la serie 3XXX, por ejemplo la aleación AA3005. Las aleaciones del tipo AA8079 y AA8021 tienen un alto contenido de Fe y un bajo contenido de Si. Las aleaciones del tipo AA8011 tienen un contenido de Fe y Si más equilibrado y tales variaciones de composición afectan a la clase de fases intermetálicas formadas durante la solidificación, que afectan a su vez a la respuesta de recocido final.

En un procedimiento de colada continua, se considera que las aleaciones que contienen Si más alto reducen la productividad de la colada porque los efectos de segregación de la cadena central se hacen peores con velocidades de colada más altas.

Para producir productos de hoja delgada, se considera usualmente que el producto laminado no debe hacerse demasiado duro porque de otro modo resulta difícil laminar hacia abajo la hoja hasta la galga final. Por esta razón, los fabricantes de hojas incorporan típicamente una etapa de inter-recocido para ablandar el producto laminado en frío antes de un laminado final.

Un producto, que acaba de laminarse en frío, tendría alta resistencia (debido al endurecimiento de trabajo) pero ductilidad limitada. Con el fin de aumentar la ductilidad y hacer así a los productos adecuados para manipulación y conformación, se realiza una operación de recocido final, mediante un recocido discontinuo o una cadena de recocido continua. Las variables esenciales son temperatura y tiempo y, dependiendo en gran medida de estos factores, pueden transcurrir procedimientos de recuperación, recristalización y crecimiento de grano dentro del producto trabajado en frío. En productos de galga delgada como hoja, los parámetros se fijan para asegurar que se mantiene una estructura de tamaño de grano pequeño, teniendo los granos grandes un impacto perjudicial sobre las propiedades mecánicas.

La microestructura de una lámina u hoja laminada en frío consiste en granos finos de escala de micrómetros y una alta densidad de fases intermetálicas formadas durante la solidificación. Las intermetálicas se destruyen durante el laminado y tienen un tamaño de partículas típico entre 0,1 y 1,5  $\mu\text{m}$ . Esto proporciona el principal prerrequisito para una respuesta de recocido óptima. La otra característica metalúrgica importante es el alto grado de laminado en frío, que produce una estructura de granos finos. Sin embargo, estas estructuras de granos son altamente anisótropas. Durante la recuperación, se reduce el número de dislocaciones y puede formarse una estructura de sub-granos. Con tiempo o temperatura crecientes, el tamaño de sub-granos aumenta gradualmente. Inicialmente en tal caso no hay un cambio apreciable de la microestructura, conservando el producto mucha de su anisotropía. Mientras que hay una caída de resistencia significativa desde el estado según se laminó en frío y un aumento de ductilidad, la ductilidad puede no alcanzar los niveles conseguidos en un material recristalizado parcialmente.

A medida que aumentan la temperatura o el tiempo, comienza la recristalización, que es la formación gradual de una estructura de granos nueva y perceptible. Fuerzas retardantes, en forma de precipitados/intermetálicas en los límites de granos, fijan los límites de granos durante la recristalización para restringir el crecimiento de granos. El tratamiento de recocido puede, si hay suficiente soluto sobresaturado dentro de la matriz de aleación, conducir también a la formación de dispersoides intermetálicos finos. Éstos también ayudan a impedir el crecimiento de granos.

Es el caso, para algunas aleaciones (por ejemplo, de la variedad de alto contenido de Fe/bajo contenido de Si), que sólo pueden conseguirse propiedades óptimas dentro de una ventana de recocido estrecha, habitualmente a altas temperaturas de recocido. Son necesarias estas temperaturas más altas porque la alta densidad de partículas submicrométricas significa que ya es alto el efecto de fijación de los límites de granos. Además, durante el recocido, la precipitación de dispersoides intermetálicos refuerza el efecto de fijación de los límites de granos. En efecto, hay una reacción de recristalización continua en el intervalo de baja temperatura y sólo podría comenzar a alrededor de 380°C y superior. Sólo cuando los dispersoides/intermetálicas se hacen más gruesos a mayores temperaturas, las fuerzas de fijación empiezan a disminuir y es posible la reorganización de granos. Sin embargo, puesto que las temperaturas para esto son muy altas, el metal entra entonces en un régimen en el que el equilibrio entre las fuerzas que impulsan el crecimiento de granos y la fijación de límites de granos es inestable y puede aparecer de repente un crecimiento de granos incontrolado.

Las vías de producción en las que se usa enfriamiento directo (DC) son más complicadas y caras que las vías de

colada continua porque implican usualmente más etapas de elaboración, algunas de las cuales son de longitud y energía intensivas, tales como homogeneización. Es deseable, por tanto, usar inicialmente colada continua para eliminar etapas como homogeneización y ha habido un trabajo sustancial para optimizar aleaciones y procedimientos pensando en esto. Pero incluso empezando con un producto de colada continua, la reducción hasta la galga final implica habitualmente una etapa de inter-recocido, ella misma cara en energía y que exige mucho tiempo.

Para muchas aplicaciones y en particular aplicación en recipientes de embutición profunda, la resistencia final de la aleación por sí misma no es la propiedad más importante. El caso es generalmente que a medida que aumenta la resistencia de un producto de aleación, disminuye el alargamiento. En realidad, el diseño de un producto de aleación es siempre sobre optimización de un equilibrio de propiedades. Un buen equilibrio en el caso de recipientes de embutición profunda sería una combinación óptima de resistencia y conformabilidad (reflejada por alargamiento a la tracción). Este equilibrio puede valorarse multiplicando la resistencia a la tracción final (UTS) por el alargamiento a la rotura (E). Además, es deseable que la aleación tenga un buen equilibrio de propiedades en las direcciones transversal y longitudinal porque la conformación raramente, o nunca, tiene lugar en una dimensión.

Para algunos recipientes se requiere que las paredes del recipiente tengan un cierto grado de rigidez. La rigidez de un material está relacionada estrechamente con su límite elástico (YS). Por tanto, también es deseable un buen límite elástico. Por otra parte, si el YS es muy próximo a la UTS, un producto de aleación no es ideal para su uso en recipientes embutidos. Es deseable que el producto de aleación demuestre endurecimiento por deformación en frío durante la deformación, porque esto ayuda a prevenir estrechamiento durante la conformación. Un producto de aleación con un YS próximo a su UTS poseería características de deformación diferentes con endurecimiento por deformación en frío limitado, de haberlo.

Con respecto a recipientes de embutición profunda, es deseable evitar ennegrecimiento superficial durante las operaciones de conformación, que los presentes inventores han encontrado estar relacionado con la composición de las fases intermetálicas después de la solidificación.

Además de estas calidades, es deseable, como medio para reducir los costes de la aleación mediante reciclado, ser capaces de acomodar elementos tales como Mn dentro de la composición fundida. Además es deseable, desde una perspectiva operacional, ser capaces de elaborar un producto de aleación a través de diferentes operaciones de fabricación, para permitir el mejor uso de un intervalo de equipo disponible, tales como hornos de recocido discontinuos y continuos.

El documento WO 03/069003 describe una aleación del tipo de alto contenido de Fe/bajo contenido de Si producida mediante una vía de colada continua. La aleación descrita comprende, en % en peso, Fe 1,5-1,9, Si < 0,4, Mn 0,04-0,15, otros elementos y el resto aluminio. La vía de elaboración usada para fabricar este producto es colar continuamente la aleación, laminar en frío con un inter-recocido opcional con un recocido final después de laminar en frío entre 200 y 430°C durante un período de al menos 30 horas. El procedimiento de recocido discontinuo preferido es un procedimiento en dos etapas que implica una primera etapa entre 200 y 300°C y una segunda etapa entre 300 y 430°C.

El documento JP-A-03153835 revela un material de aletas para uso en intercambiadores de calor en el que la composición de la aleación es, en % en peso, Fe 1,1-1,5, Si 0,35-0,8, Mn 0,1-0,4 y el resto aluminio. La aleación se colaba semicontinualmente en moldes enfriados con agua de un tamaño interior de 30 x 150 mm, esto es, de escala de laboratorio. La colada se laminaba en caliente, se laminaba de manera intermedia y se laminaba en frío con una reducción por laminación en frío máxima del 30 % hasta un espesor de 70 µm. La descripción de la laminación intermedia seguida por un porcentaje menor de reducción en frío sugiere que se usaba un recocido intermedio. Se indican resistencias a la tracción finales entre 13,0 y 14,7 kg/mm<sup>2</sup> (127-144 MPa), presumiblemente en dirección longitudinal, pero no se proporciona información sobre el YS, alargamiento o propiedades transversales.

El documento JP-A-60200943 revela una aleación similar que tiene, en % en peso, una composición de Fe > 1,25-1,75, Si 0,41-0,8, Mn 0,10-0,70, siendo el resto aluminio e impurezas. Esta aleación se desarrolló también para uso como material de aletas dentro de intercambiadores de calor cobresoldados. La aleación se colaba como un lingote, es decir, de una manera semicontinua de DC, se homogeneizaba a 580°C durante 10 horas y se descostraba. Los lingotes se laminaban después en caliente a 525°C hasta una galga de 4 mm y se recocían de manera intermedia a 380°C durante 1 hora. Se sometían después a laminado en frío hasta una galga de 0,35 mm, se recocían de manera intermedia por segunda vez en un procedimiento continuo con una temperatura de 480°C durante 15 segundos, se laminaban después en frío hasta una galga de 0,20 mm (es decir, 200 µm) y se recocían a 205°C durante 10 minutos para simular un tratamiento de cocido de pintura. Una aleación específica tiene un YS de 13,7 kg/mm<sup>2</sup> (134 MPa) y una UTS de 16 kg/mm<sup>2</sup> (157 MPa), pero el alargamiento se reduce al 9 %, dando un producto de UTS x alargamiento de 1413. Se muestra también la misma aleación con un YS de 4,916 kg/mm<sup>2</sup> (48 MPa), una UTS de 12,0 kg/mm<sup>2</sup> (118 MPa) y un alargamiento del 34 %, dando un valor de UTS x alargamiento de 4012. No hay revelación de las propiedades mecánicas transversales. Sin embargo, el tratamiento de 10 minutos a 205°C es un recocido de recuperación. Tal recocido conservará la anisotropía del procedimiento de trabajo en frío.

El documento WO 02/064848 revela un procedimiento para fabricar un producto de hoja en el que la composición de

aleación es, en % en peso, Fe 1,2-1,7, Si 0,4-0,8, Mn = 0,07-0,20, siendo el resto aluminio e impurezas fortuitas. La aleación se cuela en continuo usando un fundidor de cinta, se lamina en frío con un inter-recocido a una temperatura entre 280 y 350°C y recuece finalmente. La galga final es 0,3 mm (300 μm), y el recocido final era un recocido parcial mediante un procedimiento discontinuo que implica calentar el producto laminado en frío entre 250 y 300°C. Después de esta vía de elaboración, la aleación de esta revelación desarrollaba una UTS de aproximadamente 125-160 MPa y valores de alargamiento entre aproximadamente 28 y 14,5 %. Pueden calcularse múltiplos de UTS por alargamiento y varían desde 2295 hasta 3476. No se muestran datos referentes a propiedades transversales o con respecto a YS.

El documento US-A-5 503 689 revela un procedimiento de fabricación de un producto de aleación de aluminio que comprende las siguientes etapas:

(a) colada continua, como colada de rodillos gemelos, de una masa fundida de aleación de aluminio de la siguiente composición, en % en peso:

Fe 0,4-1,0 %  
Si 0,3-1,1 %  
Cu 0,009-0,25 %  
Mn 0,10 % máx.  
Ti 0,08 % máx.

siendo el resto Al e impurezas inevitables;

(b) laminado en frío directo del producto colado hasta una galga final entre 38,1 y 4.318 μm sin inter-recocido;

(c) recocido final del producto laminado en frío.

Se conocen y se venden aleaciones adicionales para aplicaciones de envasado de alimentos. Éstas incluyen aleaciones basadas en AA8011. AA8011 tiene una composición como sigue, en % en peso: Fe 0,6-1,0, Si 0,50-0,90, Cu < 0,10, Mn < 0,20, Mg < 0,05, Cr < 0,05, Zn < 0,10, Ti < 0,08, otros elementos < 0,05 y otros totales < 0,15, resto Al. Se conoce una aleación con Fe en el extremo inferior de este intervalo, nominalmente Fe 0,65 y Si 0,65. Esta aleación se conoce con y sin Mn y se sabe que se cuela y se usa para productos no exigentes como hoja doméstica. Se conoce otra aleación con un contenido de Fe nominal de 1,1 y Si también 1,1. En estas aleaciones, en las que la relación de Fe a Si es 1.1, la adición de Mn conduce a una respuesta de recocido inestable a temperaturas de 320°C y superiores. Como resultado, se evita Mn en tales aleaciones.

Es un objeto de esta invención proporcionar un procedimiento nuevo y económico de fabricación de un producto de aleación de aluminio, un procedimiento que conduce a una combinación de buenas propiedades mecánicas en términos del equilibrio entre resistencia y alargamiento en ambas direcciones longitudinal y transversal, que evita la creación de depósitos de ennegrecimiento durante operaciones de embutición profunda y que proporciona ventanas de elaboración amplias para un producto recocido discontinuamente o recocido en continuo.

Un objeto adicional de esta invención es proporcionar productos de aleación de aluminio que presentan una combinación aumentada de propiedades particularmente útiles en la fabricación de recipientes de embutición profunda siendo por ello fáciles de conformar y no propensos a defectos de ennegrecimiento superficial

Por consiguiente, un primer aspecto de la invención es un procedimiento de fabricación de un producto de aleación de aluminio que comprende las siguientes etapas:

(a) colada continua de una masa fundida de aleación de aluminio de la siguiente composición (en % en peso):

Fe 1,1-1,7  
Si 0,4-0,8  
Mn hasta 0,25  
otros elementos menos que igual a 0,05 cada uno y menos que o igual a 0,15 en total  
resto aluminio

(b) laminado en frío del producto colado sin una etapa de recocido intermedio hasta una galga inferior a 200 μm

(c) recocido final del producto laminado en frío.

La composición de aleación se escoge para crear el equilibrio apropiado de intermetálicas después de la solidificación y control de su distribución de tamaños (y por ello el efecto en la reacción de recocido), todo lo cual determina la microestructura final y por ello el equilibrio de propiedades. Combinando la composición de aleación con esta vía de procedimiento, se desarrolla una microestructura que tiene un buen equilibrio entre las fuerzas que impulsan la movilidad de los límites de granos y las fuerzas retardantes necesarias para estabilizar el tamaño de granos. Este equilibrio es estable en un intervalo más amplio de condiciones de recocido que conduce a mayor flexibilidad en operaciones de fabricación. Esto es porque el soluto sobresaturado de Fe y Mn (que lleva a formación de dispersoides durante el recocido) y las partículas intermetálicas de la estructura colada actúan ambos como fuerzas retardantes contra el engrosamiento de granos. Además de esto, es posible conseguir altos valores de YS isotrópico, UTS y alargamiento y reducir el ennegrecimiento superficial durante operaciones de conformación.

La composición de la aleación se describe, en particular con respecto a otros elementos y al resto de aluminio, de igual manera a como se reconoce por el Aluminum Association Register de International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought and Wrought Aluminum Alloys.

5 Se añade Fe para proporcionar resistencia mecánica aunque, debido a que la estructura depende de la clase de intermetálicas y dispersoides formados, su contenido debe considerarse preferiblemente junto con el contenido de Mn y Si. Si el contenido de Fe es demasiado bajo, la resistencia mecánica resultante será demasiado baja. Si es contenido de Fe es demasiado alto, promoverá que aparezcan fases intermetálicas gruesas y estas fases pueden ser perjudiciales para la calidad superficial de recipientes embutidos. La cantidad de Fe presente está entre 1,1 y 1,7 % en peso, preferiblemente entre 1,2 y 1,6 % en peso.

10 La presencia de Si ayuda a reducir la solución sólida de Fe y Mn, permitiendo que comience la recristalización continua dentro de un intervalo de recocido de baja temperatura. La adición de Si en combinación con Fe ayuda a promover la formación fase  $\alpha$ -Al(FeMn)Si cúbica y se ha encontrado que un predominio de esta fase en lugar de la Al(FeMn) libre de Si o de la forma  $\beta$  monoclinica de AlFeSi ayuda a evitar la formación de hollín y el ennegrecimiento durante la embutición profunda. Es una característica preferida de la invención que la fase intermetálica  
15 predominante presente sea fase  $\alpha$ -Al(FeMn)Si cúbica. Si el contenido de Si es demasiado bajo, los precipitados serán de tipo AlFe binario. Si el contenido de Si llega cerca de la paridad con el contenido de Fe, como con las aleaciones de tipo AA8011 equilibradas mencionadas antes, es menos probable que se forme la fase  $\alpha$  y, en su lugar, se formará la forma  $\beta$  de AlFeSi.

20 Se cree que la fase  $\alpha$  cúbica tiene mejor adhesión a la matriz en comparación con la forma  $\beta$  monoclinica o las fases  $Al_M(FeMn)$  ( $M = 4-6$ ) y que, durante la conformación, es menos probable que se desprenda. Como resultado, la fase  $\alpha$  cúbica es menos probable que se pegue a la superficie del troquel y cause daño a la superficie de aluminio. Una hipótesis alternativa es que la forma de la fase  $\alpha$  cúbica durante y después del trabajo en frío tiene un efecto. Puesto que es más redondeada que la forma  $\beta$  monoclinica angular, se generan menos finos de aluminio durante la laminación y otras operaciones de conformación. Menos finos producen daño superficial reducido. Con el fin de  
25 promover la formación de la fase  $\alpha$  cúbica, por tanto, está presente Si en el intervalo de 0,4 a 0,8 % en peso, preferiblemente en el intervalo de 0,4 a 0,7 % en peso, y más preferiblemente del 0,5 al 0,7 % en peso. La relación Fe:Si está preferiblemente entre 1,5 y 5, más preferiblemente entre 1,5 y 3.

30 El Mn promueve también la formación de la fase  $\alpha$ -AlFeSi cúbica. Además, el Mn proporciona un pequeño efecto de refuerzo. Si el contenido de Mn es demasiado alto, se tropezará con problemas de segregación dentro del producto colado continuamente y tendría que homogeneizarse el producto colado. Por esta razón, si está presente, el Mn está presente en una cantidad de hasta el 0,25 %. Puesto que es deseable ser capaces de usar chatarra reciclada y conseguir el beneficio de promover la formación de fases apropiada, se prefiere que esté presente Mn en una cantidad por encima del 0,05 % en peso. Se prefiere adicionalmente que esté presente Mn en una cantidad entre 0,05 y 0,20 % en peso.

35 Aunque puede realizarse la colada continua de una variedad de formas, incluyendo fundición de cinta, un método preferido es emplear colada de rodillos gemelos. Un espesor preferido del producto colado está entre 2 y 10 mm, más preferiblemente entre 3 y 8 mm.

40 Con respecto a la etapa (b), son realizaciones preferidas que la galga final después de laminado en frío esté por debajo de 180  $\mu$ m, más preferiblemente por debajo de 165  $\mu$ m. Se prefiere que la galga esté por encima de 35  $\mu$ m, más preferiblemente por encima de 60  $\mu$ m, más particularmente cuando la aplicación pretendida es en recipientes de envasado de alimentos.

45 Con respecto a la etapa (c), el recocido final puede realizarse por un procedimiento discontinuo o por un procedimiento de recocido continuo. El procedimiento de recocido final establece el equilibrio final de propiedades mecánicas para el producto de banda de aluminio. Como se ha explicado antes, es importante durante esta fase ser capaces de controlar la reacción de recuperación/recristalización que tiene lugar dentro del metal trabajado en frío. En realidad, con esta aleación y el procedimiento de la invención es posible usar un amplio intervalo de condiciones de recocido y conseguir buenas propiedades mecánicas.

50 En caso de usar un procedimiento discontinuo, la temperatura del recocido está entre 300 y 420°C. El producto según la invención es tan estable durante el recocido que la duración puede ser muy larga, siendo posibles tiempos de hasta 60 horas y más, incluyendo esta duración el calentamiento lento hasta la temperatura y el mantenimiento en la temperatura. No obstante, puesto que puede conseguirse una combinación excelente de propiedades con duraciones de recocido más cortas, y por el deseo de minimizar costes de energía, se prefiere que la duración del recocido discontinuo esté entre 10 y 45 horas.

55 En caso de usar un recocido continuo, la temperatura del tratamiento de recocido está entre 400 y 520°C, preferiblemente entre 450 y 520°C. La duración que pasa la banda dentro del horno es mucho más corta, usualmente del orden de segundos, por ejemplo entre 4 y 10 segundos, y se ajusta habitualmente para producir la transformación microestructural necesaria durante la etapa de recocido. El recocido continuo en una cadena industrial puede simularse inmergiendo muestras en hornos fijados a temperaturas más bajas pero durante

duraciones más largas.

5 La persona experta entenderá que hay un intervalo de factores a considerar para controlar la operación de recocido continuo. Por ejemplo, uno podría ser la velocidad del metal a través del horno dependiendo de la galga de la banda, las condiciones de transferencia de calor dentro del horno (que pueden variar de horno a horno dependiendo del movimiento de aire dentro del horno) y las temperaturas del horno fijadas máximas. El establecimiento de condiciones óptimas para cada cadena de recocido continuo es una práctica establecida dentro de la industria. Con esta invención es posible hacer funcionar la cadena de recocido continuo con un amplio intervalo de ajustes y conseguir los mismos resultados.

10 Siguiendo esta vía de procedimiento es posible obtener un producto de aleación mejorado en comparación con los productos de aleación de la técnica anterior mencionados antes.

Un segundo aspecto de la invención es un producto de aleación de aluminio que tiene una galga inferior a 200  $\mu\text{m}$  y que comprende la siguiente composición de aleación en % en peso:

15 Fe 1,1-1,7  
Si 0,4-0,8  
Mn hasta 0,25  
otros elementos menos que, o igual a, 0,05 cada uno y menos que, o igual a, 0,15 en total  
resto aluminio

en el que el producto de aleación de aluminio posee las siguientes propiedades:

en dirección transversal:

20 un límite elástico > 100 MPa  
una UTS > 130 MPa  
un alargamiento > 19 % y  
un producto de UTS x alargamiento > 2500

y en dirección longitudinal:

25 un límite elástico > 100 MPa  
UTS > 140 MPa y  
alargamiento > 18 % y  
un producto de UTS x alargamiento > 2500.

30 El producto de aleación del segundo aspecto de la invención es obtenible por el procedimiento del primer aspecto de la invención.

Deben tenerse en cuenta las mismas materias con respecto a fases intermetálicas y a su influencia en la reacción de recocido del producto y por tanto puede controlarse más preferiblemente la composición de igual forma que se ha descrito antes.

35 Con respecto a las propiedades mecánicas, se prefiere que el límite elástico transversal sea > 110 MPa, más preferiblemente > 120 MPa y se prefiere que el límite elástico longitudinal sea > 110 MPa, más preferiblemente > 120 MPa.

Se prefiere que la UTS transversal sea mayor de 135 MPa, más preferiblemente > 140 MPa. Se prefiere que la UTS longitudinal sea mayor de 150 MPa.

40 Se prefiere que el alargamiento transversal para el producto de aleación de la invención sea superior al 20 % y es más preferido que sea el 22 %. Se prefiere que el alargamiento longitudinal esté por encima del 19 % y es más preferido que esté por encima del 19 % y más preferido que esté por encima del 20 %.

Para el producto de resistencia a la tracción final por alargamiento, éste es preferiblemente > 3000 para la dirección transversal y, en dirección longitudinal, se prefiere que este producto sea > 3000.

45 El procedimiento y el producto según la invención tienen un equilibrio de propiedades y adaptabilidad muy útiles, de tal modo que su uso puede considerarse dentro de un amplio intervalo de aplicaciones de hojas típicas incluyendo, aunque sin limitarse a ellas, recipientes de embutición profunda, recipientes de paredes lisas o de paredes rugosas y hoja de cocina doméstica.

50 Se ilustrará ahora la invención con referencia a los siguientes ejemplos, tablas y figuras. Los Ejemplos 1 a 3 se refieren a recocido discontinuo en el recocido final y los Ejemplos 4 y 5 se refieren a recocido continuo en el recocido final. Todos los ensayos mecánicos se realizaron según DIN-EN 10002. Los valores de YS y UTS se indican siempre en MPa y el alargamiento (E) como porcentaje. "T" se refiere a dirección transversal, "L" a la longitudinal. Todos los contenidos de aleaciones se expresan en % en peso.

**Ejemplo 1**

La Tabla 1 resume las composiciones de aleación investigadas. Las aleaciones 1 y 2 son aleaciones dentro del alcance de la invención. La aleación 4 es una aleación de tipo AA8011 con Fe hacia el extremo inferior del intervalo de composición, es decir, similar a productos disponibles comercialmente, pero con adición de Mn. La aleación 5 es una aleación según el documento WO 03/069003 de la técnica anterior. Para cada composición, los otros elementos fueron < 0,05 cada uno y < 0,15 en total, con el resto Al.

Todas las aleaciones de colaron continuamente en un fundidor de rodillos gemelos hasta las galgas mostradas en la Tabla 1. Se laminaron después en frío en un laminador en frío a escala de laboratorio hasta una galga final de 150 µm sin etapa de inter-recocido. Cada producto laminado en frío de las aleaciones 1, 4 y 5 se sometió después a tratamientos de recocido discontinuo a 320, 350, 380 y 410°C durante períodos de 20, 40 y 60 horas. La aleación 2 se recoció en discontinuo a estas temperaturas durante una duración de 45 horas. Se encontró que la aleación 5 en particular tiene propiedades mecánicas muy inconsecuentes debido a un comportamiento de deformación por tracción completamente diferente. Como se ha mencionado antes, con el fin de valorar el equilibrio de resistencia y ductilidad, se calculó el producto de UTS por alargamiento. Las propiedades mecánicas se muestran en las Tablas 2, 3 y 4 y en las Figuras 1 a 6.

Tabla 1. Principales elementos de aleación

Aleación	Fe	Si	Mn	Relación Fe:Si	Galga según se coló (mm)
1	1,19	0,62	0,10	1,92	6,05
2	1,60	0,62	0,10	2,58	6,28
4	0,67	0,65	0,10	1,03	5,99
5	1,75	0,14	0,11	12,5	6,16

Tabla 2. Datos de ensayo de tracción tras recocido discontinuo durante 20 horas

Aleación		320°C	350°C	380°C	410°C	320°C	350°C	380°C	410°C
		T	T	T	T	L	L	L	L
1	YS	108,8	103,5	94,3	88,3	104,9	101,6	93	87,9
	UTS	138,8	138,5	140,0	136,4	141,3	144,2	146,3	146,6
	E	14,2	16,1	18,7	17,0	13,9	23,9	17,3	15,6
	UTS x E	197,1	2230	2618	2319	1964	3446	2531	2287
4	YS	92	46,9	42,9	41,6	87,7	53,3	49,4	48,3
	UTS	121,6	106,0	106,4	106,6	125,8	117,6	122,7	122,5
	E	7,8	11,1	10,5	11,1	17,4	13,6	12,4	11,2
	UTS x E	948	1177	1117	1183	2189	1599	1521	1372
5	YS	173,8	179,3	161,9	145	167,6	171,4	161,9	160,6
	UTS	181,9	181,8	166,7	156,3	179,2	176,6	168,6	164,0
	E	0,3	0,3	0,1	0,2	8,0	11,7	13,6	16,4
	UTS x E	55	55	17	31	1434	2066	2293	2690

## ES 2 318 764 T5

Tabla 3. Datos de tracción tras recocido discontinuo durante 40 horas (45 horas para la aleación 2)

Aleación		320°C	350°C	380°C	410°C	320°C	350°C	380°C	410°C
		T	T	T	T	L	L	L	L
1	YS	101,4	95,3	83	77,6	99,9	91,8	84	77,6
	UTS	136,7	137,1	136,3	138,6	141,5	141,3	144,8	150,2
	E	12,5	17,8	17,4	19,8	13,7	17,8	19,9	19,9
	UTS x E	1709	2440	2372	2744	1939	2515	2882	2989
2	YS	116,3	107,1	99,5	87,9	114,6	105,5	98,2	87
	UTS	149,9	148,2	149,5	143,8	152,9	152,2	154,3	148,5
	E	23,5	20,1	21,8	25,1	21,4	26,4	23,3	20,9
	UTS x E	3523	2979	3259	3609	3272	4018	3595	3104
4	YS	48,1	43,8	41,4	40,5	52,4	48,9	48,9	46,1
	UTS	105,8	105,5	107,7	107,5	115,8	119,5	122,5	124,6
	E	12,2	10,1	10,6	10,6	12,4	12,7	11,9	10,9
	UTS x E	1291	1066	1142	1140	1436	1518	1458	1358
5	YS	171	165,1	101	137,1	171	161,2	152,3	137,5
	UTS	173,2	168,4	150,0	139,9	176,0	167,0	154,4	144,5
	E	0,2	0,2	0,2	3,0	8,0	15,2	20,7	14,9
	UTS x E	35	34	30	420	1408	2538	3196	2153

Tabla 4. Datos de tracción tras recocido discontinuo durante 60 horas

Aleación		320°C	350°C	380°C	410°C	320°C	350°C	380°C	410°C
		T	T	T	T	L	L	L	L
1	YS	97,3	88,3	82,8	72,6	99,3	87,3	81,1	71,6
	UTS	135,3	124,6	138,2	138,3	141,4	131,9	145,6	142,6
	E	20,9	15,4	23,0	17,7	21,2	25,5	15,6	17,8
	UTS x E	2828	1919	3179	2448	2998	3363	2271	2538
4	YS	47,3	42,3	41,2	39,3	52,8	47,8	47,9	50,9
	UTS	105,0	102,8	105,4	106,2	117,7	114,1	123,3	119,4
	E	11,0	11,3	9,6	10,1	11,5	11,9	11,3	11,3
	UTS x E	1155	1162	1012	1073	1354	1358	1393	1349
5	YS	163,9	158	145,4	128,1	160	156,1	145	129,7
	UTS	166,9	165,1	150,7	133,9	168,9	162,2	150,5	142,2
	E	0,2	0,2	0,4	5,4	10,2	14,7	17,2	17,9
	UTS x E	33	33	60	723	1723	2384	2589	2545

Como puede verse en las Figuras 1, 3 y 5, la aleación de la invención 1 tiene siempre la mejor combinación de UTS y alargamiento en dirección transversal en comparación con las aleaciones 4 o 5. En dirección longitudinal (como se muestra en las Figuras 2, 4 y 6), la aleación 5 es capaz de igualar la combinación de UTS y alargamiento sólo

5 cuando se recuece a altas temperaturas. Como se ha descrito antes, a tales temperaturas hay un peligro aumentado de recristalización incontrolada y crecimiento de granos gruesos, y esto no es satisfactorio desde una perspectiva de elaboración industrial. La aleación 2, también según la invención, proporciona la mejor combinación de propiedades, una combinación que la aleación 5 no iguala. Estos resultados muestran que el procedimiento según la invención proporciona un producto superior y permite a los fabricantes escoger entre un intervalo más amplio de condiciones de recocido.

**Ejemplo 2**

10 La aleación 1 se coló continuamente en un fundidor de rodillos gemelos hasta la misma galga que en la Tabla 1 y se laminó después en frío en un laminador en frío a escala de laboratorio hasta una galga de 1,5 mm. En este punto, algunas muestras se sometieron a un inter-recocido y otras no. Para las inter-recocidas, la velocidad de calentamiento fue 50°C por hora y se mantuvieron a una temperatura de 320°C durante 4 horas. Se enfriaron después con aire. Todas las muestras se laminaron en frío después hasta una galga final de 210 µm. Las muestras del producto laminado en frío, con y sin inter-recocido, se sometieron a cuatro tratamientos de recocido discontinuo final. Todos los recocidos tuvieron una duración de 4 horas y a temperaturas de 250, 300 y 350°C.

15 La vía de elaboración con un inter-recocido (IA) a 320°C y el recocido final a 300°C refleja la vía de producción recomendada del documento WO 02/064848. Las propiedades mecánicas de la aleación 1 después de estos tratamientos se dan en la Tabla 5 y en las Figuras 8 a 13. Muestran que hay una diferencia significativa entre las propiedades mecánicas alcanzables con la presente invención y el producto fabricado según el documento WO 02/064848.

20

Tabla 5

IA	Temp. de recocido (°C)	L 250	L 300	L 350	T 250	T 300	T 350
Sin	YS	142,6	112,5	93,7	150,2	114,9	94,1
	UTS	159,8	144,4	136,7	163,6	144,1	134
	E	18,8	25	20,6	15,4	25,1	28,2
	UTS x E	3004	3610	2816	2519	3616	3778
Con	YS	130,7	69,8	51,4	137,2	67,5	48
	UTS	150,2	124,1	116,9	154,4	123,1	114,1
	E	16,8	20	19,9	10,3	17,5	18,2
	UTS x E	2523	2482	2326	1590	2154	2076

Las propiedades mecánicas de la aleación 1 después de elaboración según el documento WO 02/064848 son siempre más bajas que el nuevo procedimiento de la invención en ambas direcciones longitudinal y transversal. En particular el YS para las muestras inter-recocidas era considerablemente más bajo cuando el recocido final era a 300°C y superior.

25 Para investigar el efecto del inter-recocido en las propiedades después de recocido continuo, muestras de la aleación 1 elaborada de igual forma a como se ha descrito antes en este Ejemplo anterior hasta una galga de 210 µm, con y sin inter-recocido, se inmergieron en un horno a 350°C durante 10 minutos para simular un recocido continuo. Las propiedades transversales se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6:

IA		
Sin	YS	101,5
	UTS	149,6
	E	24,1
	UTS x E	3605
Con	YS	53,9
	UTS	123
	E	25,5
	UTS x E	3136

Como con el recocido discontinuo, el YS de la versión inter-recocida fue muy inferior al procedimiento de la invención.

**Ejemplo 3**

5 Con el fin de demostrar el nivel típico de propiedades alcanzable a escala industrial y con diferentes galgas, la aleación 2 se coló continuamente por colada de rodillos gemelos hasta la misma galga que en el Ejemplo 1 y se laminó en frío en un laminador en frío industrial hasta galgas de 78 y 116 µm sin inter-recocidos usando programas de paso de laminación en frío convencional. El producto laminado en frío de galga 78 µm se recoció en discontinuo a 350°C durante 25 horas y el producto de galga 116 µm se recoció a 320°C durante 30 horas. Los resultados de ensayos mecánicos se muestran en la Tabla 7.

10

Tabla 7:

Galga (µm)		T	L
78	YS	112	110
	UTS	138	143
	E	23	24
	UTS x E	3174	3432
116	YS	125	126
	UTS	156	158
	E	28,9	30
	UTS x E	4508,4	4740

Mientras que los Ejemplos 1 y 2 ilustran las ventajas relativas del procedimiento de la invención aplicado a las aleaciones 1 y 2 sobre la técnica anterior, este Ejemplo ilustra la clase de propiedades alcanzables en producción industrial completa.

15

La laminación en frío a escala de laboratorio, según se usa en los Ejemplos 1 y 2, implica diferentes condiciones térmicas y de tensión. En un laminador industrial, la banda se deforma/reduce de galga en mayor extensión a través de cada paso. Como resultado, su temperatura aumenta, cerca de 100°C y superior. Después de un paso, se bobina la banda caliente y la masa térmica significa que una bobina conserva calor durante algún tiempo. A medida que aumenta a la temperatura, puede comenzar la recuperación, de tal modo que la recuperación tenga lugar durante la laminación adicional y cuando el metal está en una bobina. La recuperación que tiene lugar de este modo se conoce como recuperación dinámica y, puesto que la recuperación aumenta la ductilidad, explica las propiedades aumentadas que se ven después de la elaboración a escala industrial, especialmente con respecto al alargamiento.

20

**Ejemplo 4**

Las aleaciones 1, 4 y 5 se colaron y laminaron hasta una galga final de igual forma que se ha descrito en el Ejemplo 1. Se inmergieron después en un horno caliente durante 10 minutos a cada una de las siguientes temperaturas, 320, 350, 380 y 410°C, para simular una cadena de recocido continuo a escala industrial. Las propiedades mecánicas en dirección transversal únicamente se muestran en la Tabla 8 y en la Figura 7. Sólo se muestran las propiedades transversales porque son las propiedades transversales las que representan habitualmente el guión del peor caso para ductilidad. Una buena ductilidad en dirección transversal se corresponde usualmente con buena ductilidad en dirección longitudinal.

25

Tabla 8:

Aleación	Temperatura de recocido	320°C	350°C	380°C	410°C
1	YS	133,6	98,2	85,1	66,4
	UTS	157,9	143,4	141,8	137,8
	E	7,7	11,3	12,4	11,5
	UTS x E	1216	1620	1758	1585

30

(continuación)

Aleación	Temperatura de recocido	320°C	350°C	380°C	410°C
4	YS	136,4	75,3	51,5	49,8
	UTS	150,2	124,6	114,7	117,2
	E	5,5	10,5	11,1	12,4
	UTS x E	826	1308	1273	1453
5	YS	191,2	180,6	175,7	156,5
	UTS	207,3	193,2	180,6	164,5
	E	0,5	2,5	0,8	1,6
	UTS x E	103	483	144	263

Como se muestra por estos resultados, la aleación 1 de la invención tenía siempre el mejor equilibrio de propiedades mecánicas. Aunque los valores de alargamiento medidos aquí para el procedimiento de la invención son relativamente bajos, debe recordarse que estos ensayos se realizaron en hola laminada usando un laminador a escala de laboratorio. Por tanto, no experimentaron la clase de procedimiento de recuperación dinámica necesario para proporcionar propiedades óptimas. Pero estos resultados muestran la combinación relativa de propiedades para diferentes aleaciones. Realmente, estos datos sirven para ilustrar que la aleación 5 no puede recocerse continuamente, haciéndola un producto de aleación menos adaptable para elaboración industrial en diferentes instalaciones de fabricación.

10 **Ejemplo 5**

La aleación 1 se coló en rodillos gemelos hasta una galga de 6,05 mm y se laminó después en frío en un laminador en frío industrial, sin inter-recocido, hasta galgas finales de 79 µm y 120 µm usando programas de paso convencionales. Se recoció después continuamente bobinas de ambas galgas haciéndolas pasar a través de un horno fijado a una temperatura de 499°C. Para el material de galga 120 µm, esto significaba una velocidad de banda de 125 m/min y una duración dentro del horno de aproximadamente 8 segundos. Para la hoja de galga 79 µm, la velocidad de banda fue 160 m/min, dando una duración dentro del horno de aproximadamente 6 segundos. Las propiedades mecánicas se muestran en la Tabla 9.

Tabla 9:

Galga (µm)	Dirección de ensayo	YS	UTS	E	UTS x E
120	L	123	166	18,7	3104
	T	128	163	20,8	3390
79	L	113,4	165	19,2	3168
	T	115	160	20,0	3200

20 El producto con galga de 120 µm se conformó después con éxito en recipientes de pared lisa y embutición profunda sin indicios de algún ennegrecimiento superficial. De igual modo, el producto de galga 79 µm se conformó en recipientes de pared rugosa sin señal de ennegrecimiento superficial.

25 Una aleación de la siguiente composición: Fe 1,50, Si 0,60 y Mn 0,09, otros elementos < 0,05 cada uno y < 0,15 en total, resto Al, se coló en rodillos gemelos hasta una galga de 6,29 mm y se laminó después en frío en un laminador industrial hasta una galga de 135 µm usando programas de paso convencionales. Se sometió después a tratamientos de recocido continuo simulado de 10 minutos en un horno a 325, 350 y 375°C. Las propiedades mecánicas se muestran en la Tabla 10.

Tabla 10:

	325°C T	325°C L	350°C T	350°C L	375°C T	375°C L
YS	129	130	117	117	107	105
UTS	163	168	160	164	159	160
E	19	19	24	21	24	23
UTS x E	3097	3192	3840	3444	3960	3680

5 Los resultados de este Ejemplo muestran que es posible, con una aleación fabricada según la invención y en una cadena de recocido continuo a escala industrial, conseguir una combinación muy buena de propiedades en las direcciones longitudinal y transversal. Estos resultados muestran también que es posible con la aleación y el procedimiento según la invención obtener propiedades similares en un amplio intervalo de galgas y velocidades de banda. Una respuesta de recocido consecuente como ésta es muy útil para fabricación flexible.

10 Además, la consecuencia de los resultados cuando se comparan con los resultados de recocido discontinuo a escala industrial del Ejemplo 3, muestran que la aleación y el procedimiento de la invención permiten una fabricación altamente flexible en el sentido de que un productor no está limitado a un conjunto simple de instalaciones de tratamiento térmico disponibles, sino que puede cambiar de recocido discontinuo o recocido continuo y esperar aún características de producto similares.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento de fabricación de un producto de aleación de aluminio que comprende las siguientes etapas:
  - (a) colada continua de una masa fundida de aleación de aluminio de la siguiente composición (en % en peso):
    - 5 Fe 1,1-1,7
    - Si 0,4-0,8
    - Mn hasta 0,25
    - otros elementos menos que o igual a 0,05 cada uno y menos que o igual a 0,15 en total
    - resto aluminio
  - (b) laminado en frío del producto colado sin etapa de inter-recocido hasta una galga inferior a 200  $\mu\text{m}$
  - (c) recocido final del producto laminado en frío.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la colada continua (a) tiene lugar en un fundidor de rodillos gemelos.
3. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, en el que el contenido de Fe es del 1,2 al 1,6 % en peso.
- 15 4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el contenido de Si es del 0,4 al 0,7 % en peso.
5. Un procedimiento según la reivindicación 4, en el que el contenido de Si es del 0,5 al 0,7 % en peso.
6. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que la relación Fe:Si está entre 1,5 y 5.
7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la fase intermetálica predominante es la fase  $\alpha\text{-AlFeSi}$  cúbica.
- 20 8. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, en el que el contenido de Mn es del 0,05 al 0,25 % en peso.
9. Un procedimiento según la reivindicación 8, en el que el contenido de Mn es del 0,05 al 0,20 % en peso.
10. Un procedimiento según la reivindicación 9, en el que el contenido de Mn es del 0,05 al 0,15 % en peso.
11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el recocido final (c) es un recocido discontinuo.
- 25 12. Un procedimiento según la reivindicación 11, en el que el recocido discontinuo se realiza en el intervalo de temperatura de 300 a 420°C.
13. Un procedimiento según la reivindicación 12, en el que el recocido discontinuo se realiza en el intervalo de temperatura de 300 a 380°C.
- 30 14. Un procedimiento según la reivindicación 13, en el que el recocido discontinuo se realiza en el intervalo de temperatura de 320 a 380°C.
15. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el recocido final (c) es un recocido continuo.
16. Un procedimiento según la reivindicación 15, en el que el recocido continuo se realiza en el intervalo de temperatura de 400 a 520°C.
- 35 17. Un procedimiento según la reivindicación 16, en el que el recocido continuo se realiza en el intervalo de temperatura de 450 a 520°C.
18. Un producto de aleación de aluminio que tiene una galga inferior a 200  $\mu\text{m}$  y la siguiente composición en % en peso:
  - 40 Fe 1,1-1,7
  - Si 0,4-0,8
  - Mn hasta 0,25
  - otros elementos menos que igual a 0,05 cada uno y menos que o igual a 0,15 en total
  - resto aluminio
 en el que el producto de aleación de aluminio posee las siguientes propiedades:
  - 45 en dirección transversal:
    - un límite elástico > 100 MPa

una UTS > 130 MPa  
un alargamiento > 19 y  
un producto de UTS x alargamiento > 2500

en dirección longitudinal:

- 5 un límite elástico > 100 MPa  
una UTS > 140 MPa  
un alargamiento > 18 y  
un producto de UTS x alargamiento > 2500.
- 10 19. Un producto según la reivindicación 18 obtenible por el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17.
20. Un recipiente de embutición profunda fabricado a partir del producto de aleación de las reivindicaciones 18 a 19.

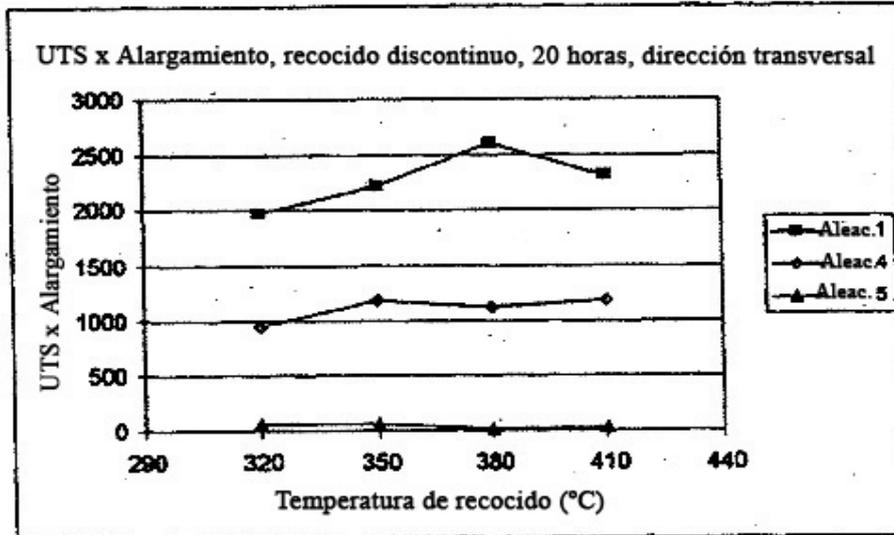


Figura 1

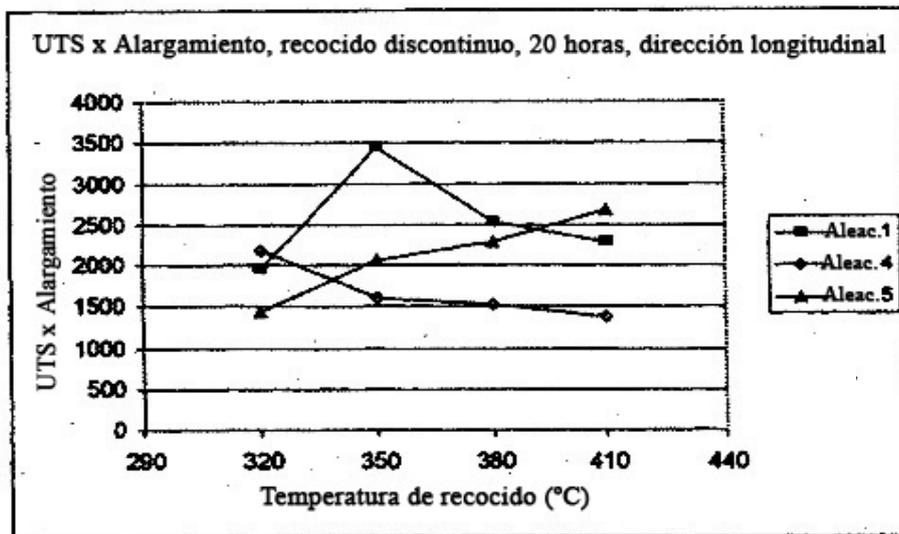


Figura 2

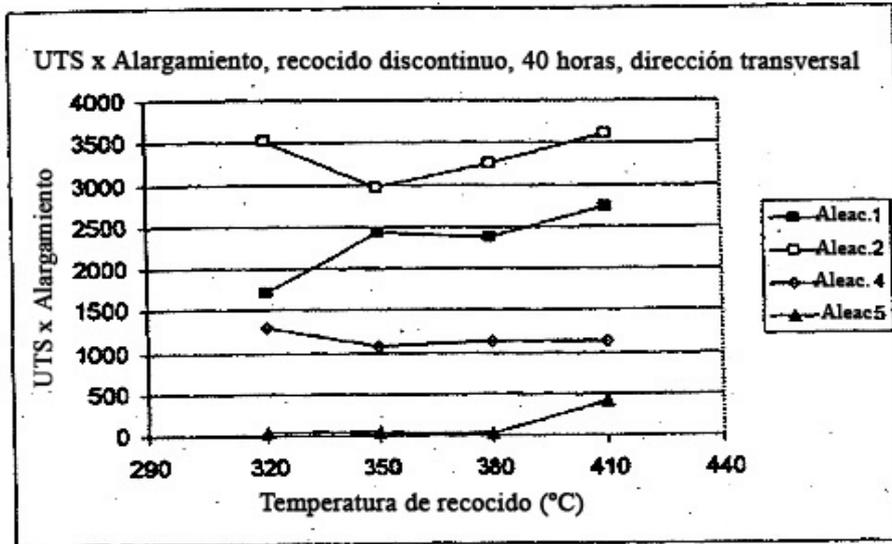


Figura 3

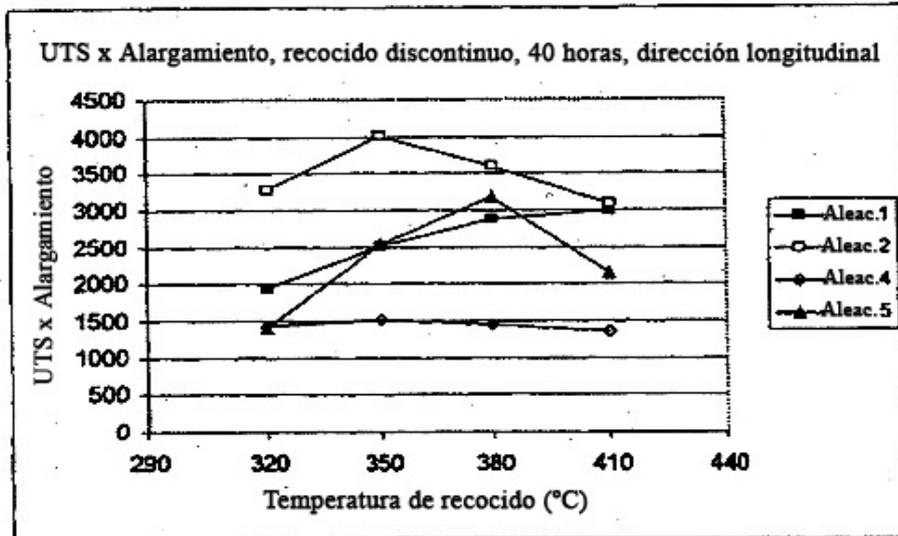


Figura 4

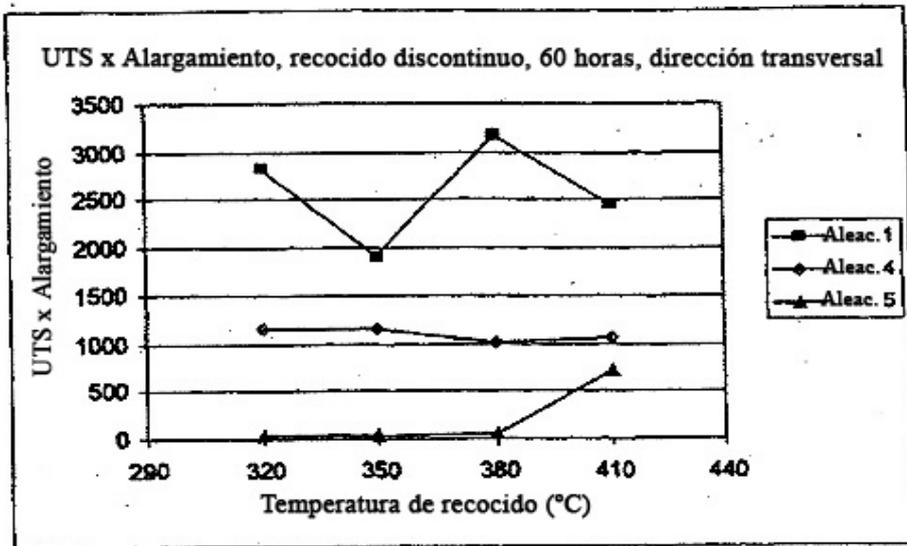


Figura 5

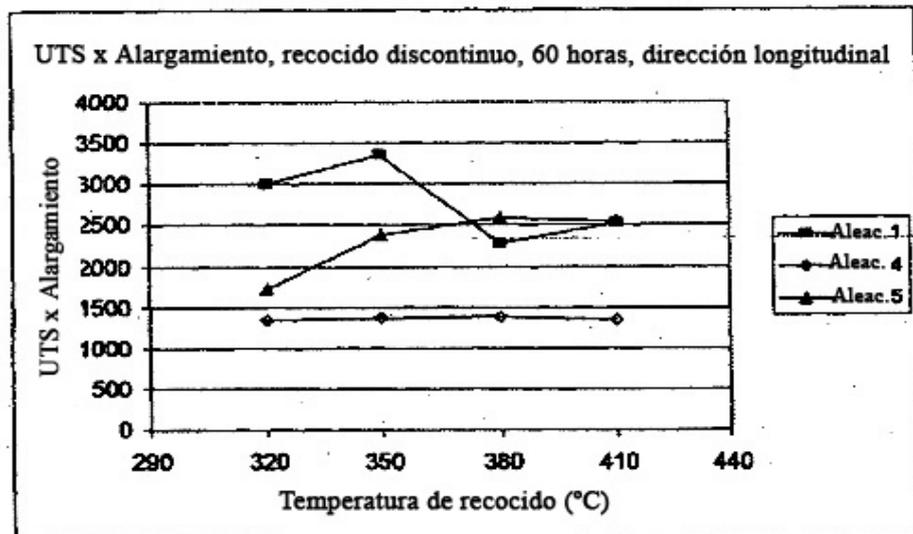


Figura 6

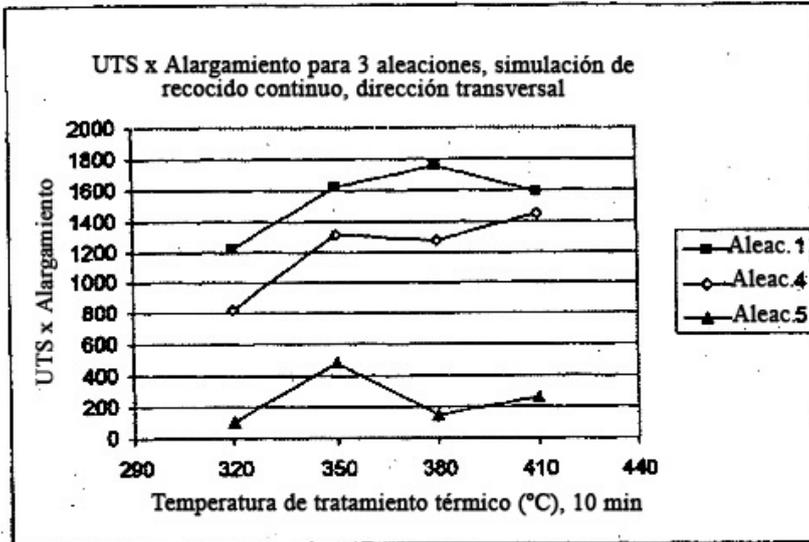


Figura 7

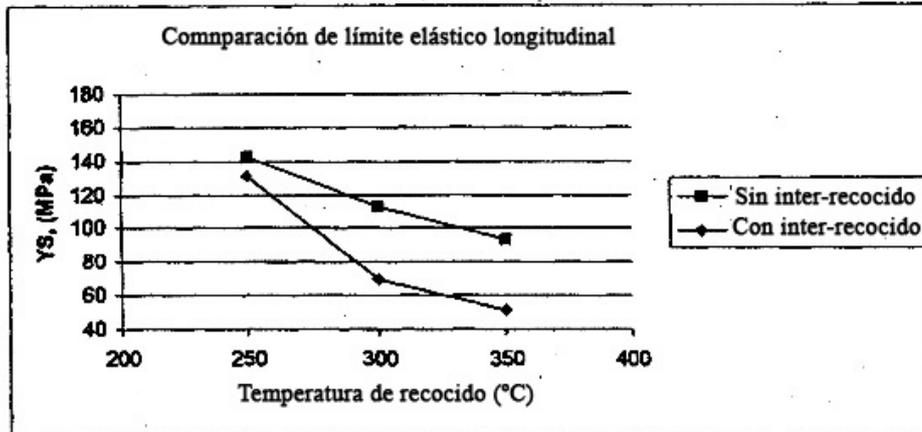


Figura 8

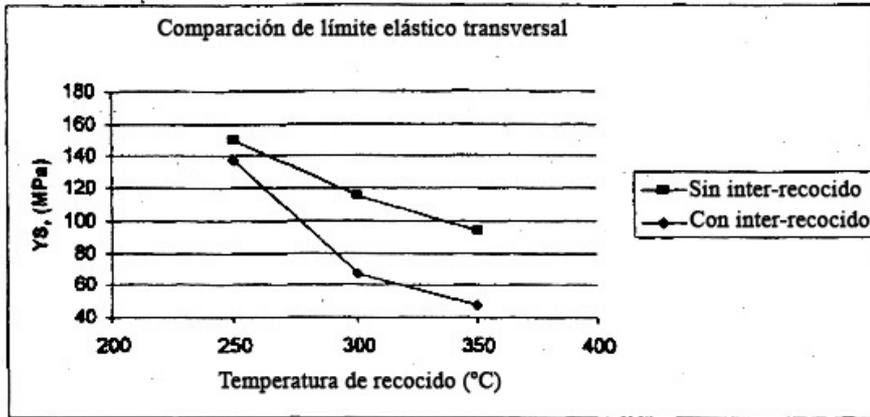


Figura 9

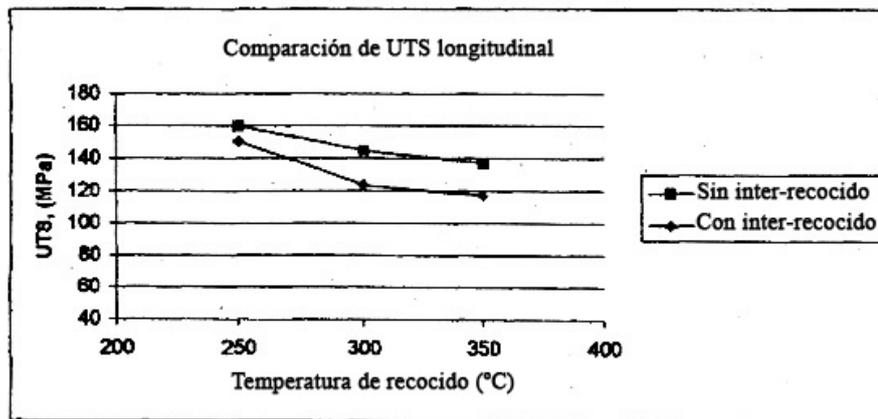


Figura 10

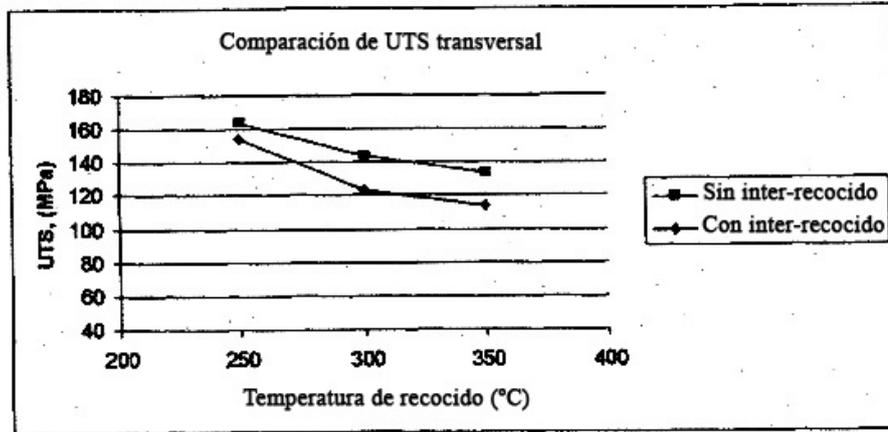


Figura 11

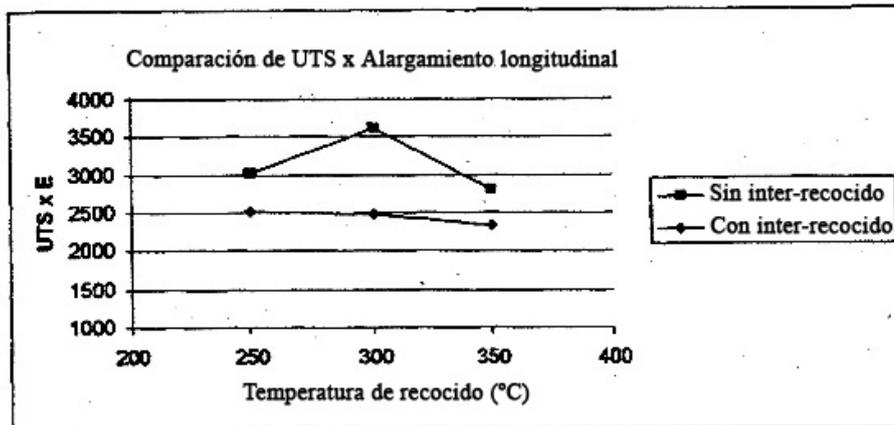


Figura 12

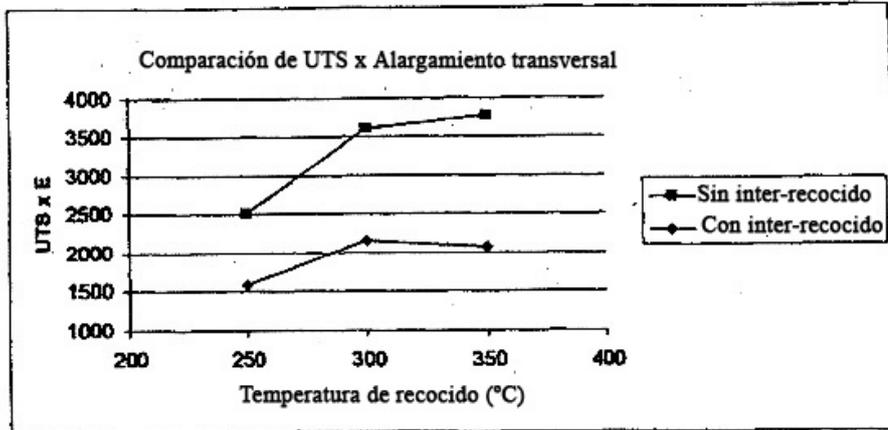


Figura 13