

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 397 477**

51 Int. Cl.:

C22B 21/06 (2006.01)

C22B 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.06.2007 E 07788898 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2012 EP 2038440**

54 Título: **Procedimiento de reciclaje de chatarras de aleación de aluminio procedentes de la industria aeronáutica**

30 Prioridad:

23.06.2006 FR 0605642

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

07.03.2013

73 Titular/es:

**CONSTELLIUM FRANCE (100.0%)
40-44, rue Washington
75008 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**VERDIER, JEAN-FRANÇOIS;
BUTRUILLE, JEAN-RÉMI;
LEROY, MICHEL y
VALAX, DIDIER**

74 Agente/Representante:

MIR PLAJA, Mireia

ES 2 397 477 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de reciclaje de chatarras de aleación de aluminio procedentes de la industria aeronáutica

5 **Ámbito de la invención**

La invención se refiere a la fabricación de lingotes de refusión de aleaciones de aluminio, a partir de chatarras (materias primas para reciclaje, tales como virutas o residuos de mecanizado). La invención se refiere especialmente al reciclaje de las chatarras procedentes de los procedimientos de fabricación de las industrias aeronáuticas y espaciales.

Estado de la técnica

En distintas industrias, los procedimientos de fabricación de productos metálicos acabados por procedimientos tales como el mecanizado, la transformación, el corte de productos intermedios, generan importantes cantidades de virutas y residuos de mecanizado. En el presente texto, estos residuos se denominan con el término "chatarras" que se utiliza en la norma EN 12258-3 para denominar los productos para el reciclaje del aluminio. Las industrias aeronáuticas y espaciales generan, en particular, una importante cantidad de chatarras, porque numerosas piezas de estructura y componentes de aeronave se obtienen por mecanizado integral de piezas macizas. Sin embargo, las chatarras suelen ser difíciles de reciclar directamente, debido a su mezcla con otras aleaciones de aluminio u otros materiales utilizados en la aeronáutica, tales como los aceros inoxidable y el titanio (Wilson y al. Journal de Physique C -75 1987). Así, los residuos de mecanizado de las aleaciones aeronáuticas se reciclan, por ejemplo, en aleaciones aluminio-silicio destinadas a los productos moldeados, en particular para la automoción. Este modo de valoración es el proceso habitual de reciclaje de chatarras y lleva a una pérdida parcial del valor del metal.

También es posible fabricar productos de aleaciones de aluminio destinados a aplicaciones aeronáuticas y espaciales, a partir de chatarras procedentes de la industria aeronáutica, en un proceso de reciclaje integrado. Sin embargo, los sucesivos reciclajes de aleaciones de la serie 2XXX o de la serie 7XXX en este proceso integrado suelen llevar al aumento de la proporción de algunas impurezas tales como el hierro y el silicio. Efectivamente, durante las etapas de mecanizado, manutención, almacenamiento, muchas veces vienen a agregarse polvos a las chatarras y dichos polvos suelen ser ricos en hierro y silicio, dos elementos muy comunes en todos los ambientes industriales. Del mismo modo, durante el proceso de fusión de las chatarras, el contacto con las herramientas y paredes de los hornos produce a menudo un aumento de las proporciones de hierro y silicio.

Además, con los procedimientos actuales de reciclaje, resulta difícil e incluso imposible fabricar, a partir de chatarras, nuevos tipos de aleaciones de la serie 2XXX o de la serie 7XXX para las que pueden limitarse las proporciones de hierro y silicio hasta menos de un 0,07 % en peso, incluso, en determinados casos, menos de un 0,05 % en peso.

Se contempló la aplicación de operaciones de purificación en un baño de metal líquido obtenido por fusión de chatarras.

Las solicitudes de patente JP07166259, JP07207378, JP09178149 y JP09263853 (Furukawa Electric) pretenden resolver el problema del reciclaje de las chapas plaqueadas destinadas a la fabricación por soldadura de intercambiadores de calor. Las chatarras de estos productos contienen varios % en peso de silicio, lo que hace difícil su reciclaje. En estas solicitudes de patente, se describen procedimientos que integran una etapa de cristalización fraccionada y una etapa final de prensado de los cristales formados para extraer el líquido residual. Estos procedimientos tienen por objetivo la eliminación del silicio. En estas solicitudes, no se plantearon los problemas específicos que presenta la purificación del hierro. La solicitud de patente JP09078152 describe también un procedimiento de purificación por cristalización de chatarras que contienen impurezas tales como Fe y Si. También se contemplaron otros procedimientos de segregación que integran una etapa de enfriamiento con ayuda de una sal fundida, en particular para la producción de metal puro de tipo P0101 cuyas únicas impurezas son el hierro y el silicio en una proporción inferior al 0,1 % en peso (véase EP 1 520 052, EP 1 520 053 y WO 2005/049875, Corus Technology). La utilización de una sal fundida añade una importante complejidad a este tipo de operación de reciclaje.

La solicitud PCT WO 2005/095658 (Corus Technology) describe el principio de un procedimiento en el que el metal líquido que tiene que purificarse se enfría de modo que se formen simultáneamente cristales purificados y cristales que contienen un elemento extraño (tal como un elemento que forma compuestos intermetálicos) y en el que estos dos tipos de cristales se separan por una técnica de separación sólido-sólido. En esta solicitud de patente, no se describe la tecnología de separación sólido-sólido.

Se contempló asimismo la adición de un aditivo que permita forzar la formación de precipitados y facilitar así su separación. Así, en las patentes US 5 741 348 (Hoogovens) y EP 1 288 319 (Corus Technology) y en la solicitud de patente JP0835021 (Agency of Ind science&technol), se aconseja la adición de Mn para formar precipitados intermetálicos que contienen hierro, con el fin de eliminarlo. Estos procedimientos no se pueden aplicar a los

sistemas complejos tales como las aleaciones aeronáuticas, debido al número de intermetálicos que tienen que considerarse.

5 Se contempló asimismo la adición de boro para eliminar elementos específicos tales como los elementos peritéticos. Así, la patente EP 1 101 830 (Pechiney Rhenalu) describe un procedimiento de fabricación de un producto intermedio en una determinada aleación de la serie 7XXX, a partir de productos de reciclaje. Para poder
10 reciclar chatarras procedentes de distintas aleaciones de la serie 7XXX sin tener que efectuar una selección, esta patente describe un procedimiento que comprende por lo menos una etapa de refinado de los correspondientes productos para reciclaje y permite reducir la proporción de un elemento peritético tal como Cr o Zr, por ejemplo con ayuda de un agente precipitante selectivo que contiene boro.

El reciclaje de las chatarras procedentes de la industria aeronáutica plantea distintos problemas específicos que el arte anterior no resuelve, en particular:

15 disminuir de manera industrial la proporción de elementos que no permiten el reciclaje en tipos equivalentes, tales como Fe y Si y, en particular, obtener proporciones de Fe y Si inferiores al 0,1 % en peso y preferentemente inferiores al 0,05 % en peso,

20 no disminuir la proporción de los elementos comunes a la mayoría de estas aleaciones (Zn, Mg, Cu en la serie 7XXX, Cu y Mg en la serie 2XXX),

en ciertos casos, no disminuir la proporción de determinados elementos costosos (Li, Ag, Sc) que se puedan usar en algunas aleaciones.

25 Por lo tanto, resultaría útil inventar un procedimiento de reciclaje que comprendiera una etapa para poder purificar el hierro y el silicio de las chatarras de las aleaciones de aluminio de la serie 2XXX o de la serie 7XXX, a pesar de todo sin eliminar los elementos de adición tales como el zinc, el cobre y el magnesio por ejemplo.

30 Entonces la solicitante buscó un procedimiento de fabricación de productos intermedios que utilizara chatarras procedentes de la industria aeronáutica y facilitara el reciclaje de las aleaciones de la serie 7XXX y de la serie 2XXX.

Objeto de la invención

35 Un primer objeto de la invención es un procedimiento de fabricación de un bloque de refusión a base de aluminio, destinado a la elaboración de una aleación de aluminio para la industria aeronáutica, en el que

(i) se suministran chatarras que contienen principalmente aleaciones de aluminio usadas en la industria aeronáutica, durante una etapa de suministro;

40 (ii) se funden las correspondientes chatarras en un horno de fusión para obtener un baño de metal líquido inicial, durante una etapa de fusión;

45 (iii) el baño de metal líquido inicial se somete a una purificación por cristalización fraccionada para obtener una masa solidificada y un baño de líquido residual, durante una etapa de segregación;

50 (iv) se recupera la masa solidificada para obtener un bloque de refusión, durante una etapa de recuperación; en el que el conjunto del metal se carga inicialmente y se somete después a la cristalización fraccionada. La velocidad de cristalización dada en masa de cristales formados, expresados en porcentaje del peso inicialmente cargado, por hora de cristalización está comprendida entre unos 3,8 %/h y unos 6,2 %/h.

Otro objeto de la invención es un procedimiento de fabricación de un producto semiacabado, en el que se funde por lo menos un bloque de refusión obtenido por el procedimiento según la invención.

Descripción de las figuras

55 La figura 1 ilustra un dispositivo de segregación que se puede usar en el marco de la invención.

La figura 2 ilustra la evolución de la temperatura del metal líquido de acuerdo con el tiempo de cristalización para las distintas pruebas efectuadas.

60 La figura 3 ilustra la evolución del índice de purificación de acuerdo con la velocidad de cristalización programada.

Descripción de la invención

65 Salvo indicación contraria, todas las indicaciones relativas a la composición química de las aleaciones se expresan en porcentaje másico. La denominación de las aleaciones cumple las reglas de The Aluminum Association,

conocidas por el especialista. La composición química de aleaciones de aluminio normalizadas se define, por ejemplo, en la norma EN 573-3 llamada "Aluminio y aleaciones de aluminio. Composición química y forma de los productos de forja. Parte 3: Composición química".

5 Salvo indicación contraria, se aplican las definiciones de la norma europea EN 12258-1 llamada "Aluminio y aleaciones de aluminio - Términos y definiciones - Parte 1: Términos generales". Los términos vinculados a las chatarras y su reciclaje se describen en la norma EN 12258-3 llamada "Aluminio y aleaciones de aluminio — Términos y definiciones — Parte 3: Chatarras (materias primas para reciclaje)".

10 El término "mecanizado" abarca cualquier procedimiento de arranque de materia tal como el torneado, el fresado, el taladrado, el escariado, el roscado, la electroerosión, la rectificación, el pulido.

En el marco de la presente invención, el término "producto semiacabado" se utiliza para denominar un semiproducto destinado a someterse a operaciones de fresado tal como, en particular, una chapa de laminado, un lingote de extrusión, un bloque de forja. En el marco de la presente invención, el término "bloque de refusión" denomina un semiproducto destinado a ser refundido, a base de aluminio y cuya suma de proporciones de Zn, Cu, Mg y Li es de por lo menos un 3 % en peso. De manera ventajosa, la suma de las proporciones de Zn, Cu, Mg y Li es de por lo menos un 4 % en peso y preferentemente de por lo menos un 5 % en peso, en los bloques de refusión según la invención.

20 El término "elemento de estructura" o "elemento estructural" se refiere a un elemento utilizado en construcción mecánica, para el que las características mecánicas estáticas y/o dinámicas tienen una importancia especial en los resultados y la integridad de la estructura, y para el que suele prescribirse o efectuarse un cálculo de la estructura. Para un avión, estos elementos de estructura comprenden, en particular, los elementos que componen el fuselaje (tales como la piel de fuselaje (fuselage skin en inglés), los refuerzos o largueros de fuselaje (stringers), los tabiques estancos (bulkheads), los fuselajes circulares (circumferential frames), las alas (tales como la piel de ala (wing skin), los refuerzos (stringers o stiffeners), las costillas (ribs) y los largueros (spars)) y las aletas que comprenden, en particular, estabilizadores horizontales y verticales (horizontal or vertical stabilisers), así como los perfiles de suelo (floor beams), los carriles de asientos (seat tracks) y las puertas.

30 El procedimiento según la invención comprende las etapas de: suministro de las chatarras, fusión de las chatarras, purificación por segregación, recuperación de la masa solidificada, purificación de los elementos peritéticos de forma opcional y fabricación de productos semiacabados.

35 Las distintas etapas del procedimiento según la invención se pueden efectuar de manera continua, semicontinua o discontinua (batch). Según ciertos modos de realización, es posible realizar una parte de las etapas de manera continua, tal como la etapa de fusión por ejemplo, y otra parte de las etapas de manera discontinua, tal como la etapa de segregación por ejemplo. De manera ventajosa, según el modo de realización semicontinuo o discontinuo, las distintas etapas mencionadas en el párrafo anterior se realizan sucesivamente.

40 **1/ Suministro de las chatarras**

Las chatarras susceptibles de ser recicladas por el procedimiento según la presente invención pueden presentarse en distintas formas.

45 Si las chatarras son en forma maciza, suelen destinarse a una fusión directa.

Por lo general, las chatarras son en forma dividida, tal como las virutas, torneaduras, chatarras o recortes, y están cubiertas de lubricantes que pueden ser emulsiones o aceites enteros, generalizados aquí por el término "aceite". La cantidad de aceite presente en las chatarras varía de acuerdo con la etapa de fabricación durante la que fue generada y con la tecnología que se utilizó para arrancar el metal. Así, la cantidad de aceite presente en las chatarras obtenidas durante la operación de escalpado de las chapas de laminado suele ser pequeña. En cambio, la cantidad de aceite presente en las chatarras procedentes de operaciones de mecanizado es mucho más grande. Cualquiera que sea la cantidad de aceite presente en las chatarras, será posible utilizar la presente invención. Eventualmente, una etapa previa de extracción del aceite puede resultar necesaria o por lo menos útil. Se puede efectuar mediante todos los métodos clásicos de limpieza química y/o térmica. En el caso de un desengrasado químico con ayuda de un producto acuoso, una etapa de secado es necesaria. Un método ventajoso de desengrasado consiste en usar un horno cilíndrico rotatorio con quemador (tipo IDEX[®]), la atmósfera de este tipo de horno contiene poco oxígeno, típicamente menos del 5 % o incluso del 1 %, para evitar la ignición de los aceites. En este tipo de horno, la gestión de la proporción de oxígeno se realiza con ayuda de una sonda de medida y un bucle de control.

60 Las chatarras compactas pueden precisar una etapa de trituración.

Las chatarras que se utilizan en el marco de la presente invención contienen principalmente aleaciones de aluminio usadas en la industria aeronáutica, es decir que comprenden por lo menos un 50 %, preferentemente por lo menos un 70 % y más preferentemente por lo menos un 90 % de aleaciones de aluminio usadas en la industria aeronáutica. En el marco de la presente invención, "aleaciones de aluminio usadas en la industria aeronáutica" significa aleaciones que pertenecen a las series 2XXX, 6XXX y 7XXX. Es preferible seleccionar las chatarras utilizadas en el marco de la presente invención de modo que contengan principalmente sea aleaciones de la serie 7XXX, sea aleaciones de la serie 2XXX, es decir que las chatarras contienen por lo menos un 50 %, preferentemente por lo menos un 70 % y más preferentemente por lo menos un 90 % de las aleaciones de la serie elegida. De manera ventajosa, estas aleaciones se seleccionan cuidadosamente, es decir que las chatarras procedentes de una serie distinta de la de las chatarras que tienen que reciclarse se limitan preferentemente al 5 % y de manera más ventajosa al 1 %. Las aleaciones apropiadas de la serie 7XXX son, en particular, las aleaciones 7010, 7040, 7050, 7150, 7250, 7055, 7056, 7068, 7049, 7140, 7149, 7249, 7349, 7449, 7075, 7175 y 7475. Para las aleaciones de la serie 2XXX, es ventajoso separar las aleaciones que contienen litio y/o plata de las aleaciones que no los contienen más allá del nivel de impureza, típicamente un 0,05 % en peso. Las aleaciones apropiadas de la serie 2XXX que no contienen litio y/o plata son, en particular, las aleaciones 2014, 2022, 2023, 2024, 2026, 2027, 2056, 2224, 2324 y 2524. Las aleaciones apropiadas de la serie 2XXX que contienen litio y/o plata son, en particular, las aleaciones 2050, 2090, 2091, 2094, 2095, 2097, 2098, 2099, 2039, 2139, 2195, 2196, 2197, 2199, 2297 y 2397, tales como las define la Aluminum Association. El uso de residuos seleccionados facilita la utilización de los bloques de refusión, obtenidos por el procedimiento según la invención, en aleaciones de la misma serie. El procedimiento según la invención es ventajoso también para el reciclaje de las chatarras que contienen escandio.

Es preferible que las chatarras utilizadas en el marco de la presente invención no estén contaminadas con Fe y Si mediante residuos que no son de aleación de aluminio. El procedimiento según la invención puede comprender una etapa destinada a reducir la cantidad de residuos férricos. La separación de los metales férricos se puede efectuar por selección magnética y/o selección por corrientes de Foucault; este último método es particularmente adecuado para la separación de los residuos magnéticos (metales blancos, acero inoxidable, ...) y no magnéticos (metales rojos, cobre, latón,...). Se puede limitar así la proporción de Fe de las chatarras procedentes de piezas de aleaciones férricas. Se puede mejorar aún más la selección de las chatarras con ayuda de un dispositivo que radica en las diferencias de tamaño de las partículas, de masa volumétrica y/o de conductividad eléctrica, tal como se describe en US 5 060 871.

En conclusión, la etapa de suministro incluye, llegado el caso según la definición inicial de las chatarras, las operaciones de

elección de la serie (por lo general 2XXX o 7XXX) de las aleaciones que componen las chatarras y selección idónea, separación de eventuales impurezas metálicas o no metálicas,

de forma opcional, extracción del aceite.

Pueden sustituirse eventualmente estas operaciones por el suministro de chatarras con características bien definidas.

2/ Fusión de las chatarras

La fusión de las chatarras se efectúa en un horno de fusión y permite obtener un baño de metal líquido inicial. Ya que las chatarras utilizadas contienen principalmente aleaciones de aluminio usadas en la industria aeronáutica, la suma de las proporciones de Zn, Cu, Mg y Li en el baño de metal líquido inicial siempre es superior a un 4 % en peso. De manera ventajosa, la suma de las proporciones de Zn, Cu, Mg y Li es superior a un 6 % en peso y preferentemente superior a un 8 % en peso, en el baño de metal líquido inicial.

En una realización ventajosa de la invención, el horno de fusión utilizado es un horno de agitación electromagnética (horno de inducción). Efectivamente, este tipo de horno permite limitar la combustión de las chatarras. En el caso de la fusión de aleaciones de la serie 2XXX que contienen litio y/o plata, es ventajoso crear, en el baño de metal líquido, una manta flotante de chatarras, lo que permite proteger el baño de metal líquido de la oxidación durante todo o parte de la etapa de fusión.

3/ Purificación por segregación

Los principales procedimientos conocidos de purificación del aluminio son el procedimiento de purificación por electrólisis (llamado procedimiento "3 capas" o "Gadeau process") y el procedimiento de purificación por cristalización fraccionada (llamado procedimiento de "segregación"). Estos procedimientos se utilizan en la industria del aluminio exclusivamente para obtener un metal de muy alta pureza (que tiene típicamente una proporción de aluminio superior a un 99,9 % en peso y puede alcanzar un 99,999 %) a partir de un metal ya bastante puro (que tiene típicamente una proporción de aluminio superior a un 99,5 % en peso, incluso superior a un 99 % en peso). Así, las patentes EP 0 091 386 y US 6 406 515 (Aluminium Pechiney) o la patente US 4 734 127 (Nippon Light

Metal) describen procedimientos de segregación de aluminio líquido cuya proporción total de impurezas es del orden de los 500 a los 1500 ppm (o sea una proporción de aluminio superior a un 99,85 % en peso) y no contemplan la aplicación de dichos procedimientos para proporciones de aluminio del metal inicial inferiores a un 99 % en peso. El procedimiento de segregación permite, en particular, purificar los elementos que tienen un bajo coeficiente de reparto. El coeficiente de reparto es la relación de equilibrio entre la concentración del elemento en la fase sólida y su concentración en la fase líquida.

La utilización de estos tipos de procedimientos para el reciclaje de las chatarras cargadas de impurezas necesita la resolución de numerosos problemas técnicos y económicos, porque dichos procedimientos se optimizaron para la fabricación de productos destinados a la industria electrónica cuyas limitaciones no tienen nada que ver con aquellas del reciclaje de las chatarras. Así, el ratio entre costo de operaciones y valor de productos es mucho más bajo en el caso de la fabricación de metal de alta pureza que en el caso del reciclaje de chatarras.

Además, existen varias diferencias fisicoquímicas entre el aluminio líquido puro o bastante puro, es decir aleaciones de la serie 1XXX cuya proporción total de elementos no siendo aluminio es del 1 % como máximo, y las aleaciones de aluminio cargadas cuya proporción total de elementos Cu, Zn, Mg y Li es superior al 4 % en peso, que tienen importantes consecuencias en el marco de la utilización de un procedimiento de segregación.

En primer lugar, el intervalo de solidificación, es decir la diferencia de temperatura entre el liquidus y el solidus, de las aleaciones cargadas es mucho más importante que el del metal puro. En segundo lugar, la temperatura del metal líquido evoluciona mucho más con el grado de purificación en el caso de una aleación cargada que en el caso de un metal puro. Además, en el caso de una aleación cargada, el líquido residual que se enriquece de impurezas durante la purificación puede alcanzar la composición eutéctica a la que se produce una precipitación de partículas intermetálicas. Estas partículas intermetálicas corren el riesgo de mezclarse con los cristales purificados y por lo tanto de degradar mucho la purificación. Por último, el número de elementos que interactúan en una aleación cargada hace que las previsiones teóricas sobre la purificación son muy difíciles, incluso imposibles. Así, el coeficiente de reparto que se conoce bastante precisamente para las mezclas binarias, no se conoce en el caso de una aleación cargada tal como una aleación 2XXX o 7XXX.

Por lo tanto, es muy incierta la transposición de procedimientos desarrollados para el metal puro a la purificación de chatarras de aleaciones cuya proporción total de elementos Cu, Zn, Mg y Li es superior a un 4 % en peso, porque hay una gran diferencia entre numerosos parámetros físicos y porque las consecuencias a nivel del control térmico del procedimiento por ejemplo son importantes, lo que hace imposible las previsiones teóricas.

En el marco de la invención, una purificación por cristalización fraccionada durante una etapa llamada de segregación se realiza de modo que se obtenga una masa solidificada purificada y un baño de líquido residual enriquecido con impurezas. Es posible utilizar procedimientos de cristalización fraccionada en los que se solidifica el metal en un rotor enfriado. Por ejemplo, la solicitud de patente JP 11-100620 y la patente US 6 398 845 describen este tipo de procedimiento. Es posible utilizar asimismo procedimientos de cristalización fraccionada en los que se utiliza un horno cuya solera se enfría, tal como se describe en la solicitud de patente JP 58-104132 por ejemplo. De manera ventajosa, es preferible utilizar procedimientos de cristalización fraccionada en los que existe una refusión parcial de los cristales formados, lo que tiende a mejorar la purificación. Es posible utilizar, por ejemplo, un procedimiento tal como se describe en las patentes US 4 221 590 y US 4 294 612 en las que se obtiene una refusión parcial de los cristales formados por calentamiento de la solera del horno. La patente FR 2 788 283 (Aluminium Pechiney) describe también un procedimiento que comprende una refusión parcial, lo que permite obtener un metal refinado y ultrarrefinado por compactación periódica y controlada de los cristales formados por cristalización fraccionada. Esta patente describe también un dispositivo que permite desarrollar el correspondiente procedimiento. Según un modo de realización ventajoso de la invención, la masa solidificada se somete a por lo menos una refusión parcial durante la etapa de segregación, para aumentar el coeficiente de purificación.

De manera ventajosa, la cristalización fraccionada se realiza con ayuda de un dispositivo que permite efectuar la cristalización a una velocidad predeterminada, siendo la velocidad de cristalización la cantidad de cristales formada por unidad de tiempo. La figura 1 ilustra un dispositivo que se puede utilizar de manera ventajosa para la etapa de segregación. El dispositivo comprende un crisol refractario (4), un horno (6) provisto de por lo menos un medio de calentamiento (5), por lo menos un medio de compactación (1) que comprende una cabeza de compactación (12), una varilla solidaria con esta cabeza (11) y medios para desplazar verticalmente el conjunto varilla-cabeza (13). Las chatarras fundidas (2) están en el crisol refractario (4) y la cristalización que permite obtener una masa solidificada (3) se obtiene gracias a una bajada de temperatura del metal líquido. El dispositivo comprende un medio que permite medir la altura de la masa sólida H y medios tales como una unidad de control (21) y una unidad de potencia (22) para manejar el funcionamiento del o de los medios de calentamiento, con arreglo a la altura de la masa sólida medida H y el valor de referencia H', de modo que se obtenga una velocidad de cristalización predeterminada. De manera ventajosa, el medio de compactación (1) permite a la vez compactar los cristales formados y medir la altura H de masa sólida. Ventajosamente, se procede alternativamente a inmersiones y emersiones del medio de compactación, estando comprendido el tiempo entre dos emersiones sucesivas entre 20 segundos y 10 minutos.

El conjunto del metal se carga inicialmente y se somete después a la cristalización fraccionada. La velocidad de cristalización dada en masa de cristales formados, expresados en porcentaje del peso inicialmente cargado, por hora de cristalización está comprendida entre unos 3,8 %/h y unos 6,2 %/h y preferentemente comprendida entre 4 %/h y 6 %/h. Según un modo de realización ventajoso en el que el peso inicialmente cargado es típicamente de unos 2300 kg, la velocidad de cristalización está comprendida preferentemente entre unos 90 kg/h (kilogramo por hora) y unos 140 kg/h y preferentemente entre unos 100 kg/h y unos 130 kg/h.

Si la velocidad de cristalización es demasiado alta, la purificación es baja y se obtiene una masa sólida que tiene una composición parecida a la de las chatarras fundidas. En tal caso, la refusión parcial de los cristales formados durante la operación, que por cierto es un factor muy favorable para la purificación, resulta demasiado limitada. Si la velocidad de cristalización es demasiado baja, puede que partículas intermetálicas se integren en la masa solidificada y degraden su pureza. Además, si la velocidad de cristalización es demasiado baja, la operación corre el riesgo de perder su interés económico.

Se llama "rendimiento" de la etapa de segregación, la relación entre la masa del bloque de refusión obtenido y la masa inicial de chatarras fundidas, este rendimiento se puede expresar en porcentaje. Si el rendimiento es demasiado bajo, la etapa de segregación no presenta ningún interés económico. Si el rendimiento es demasiado alto, el líquido residual al final de la etapa está muy cargado de elementos de aleación, lo que puede provocar la formación de partículas intermetálicas perjudiciales para la pureza de la masa solidificada y hacer también que este líquido residual sea impuro y difícil de valorar económicamente. De manera ventajosa, el rendimiento de la etapa de segregación está comprendido entre unos 50 % y unos 90 % y preferentemente entre unos 60 % y unos 80 %.

Según un modo de realización ventajoso de la invención, la cristalización fraccionada se realiza con ayuda de un dispositivo que comprende un crisol refractario (4), un horno (6) provisto de por lo menos un medio de calentamiento (5), por lo menos un medio de compactación (1) que comprende una cabeza de compactación (12), una varilla solidaria con esta cabeza (11) y medios para desplazar verticalmente el conjunto varilla-cabeza (13), un medio de medida que permite la medida continua de la temperatura del metal líquido y un bucle de control que permite el manejo de los medios de calentamiento con arreglo a la temperatura del metal líquido. Según este modo de realización ventajoso, se impone una predeterminada curva de bajada de temperatura del metal líquido. De manera ventajosa, la bajada de temperatura del metal líquido está comprendida entre 1 y 5 °C/h y preferentemente entre 2 y 4 °C/h.

En una realización ventajosa de la invención, la etapa de segregación se detiene según la temperatura del metal líquido. Ventajosamente, la etapa de segregación se detiene cuando la temperatura del metal líquido alcanza los 570 °C y preferentemente cuando alcanza los 580 °C.

4/ Recuperación de la masa solidificada

Después de la etapa de segregación, el líquido residual se separa de la masa solidificada. De manera ventajosa, esta separación se efectúa por escurrimiento, basculando el crisol refractario en el que se efectuó la etapa de segregación. El ángulo de basculamiento se elige de modo que el líquido se escurra rápidamente, a pesar de todo sin correr el riesgo de que se caiga la masa solidificada. Según otro modo de realización de la invención, el líquido residual se aspira con ayuda de un medio apropiado.

La masa solidificada se recupera con ayuda de un medio apropiado. De manera ventajosa, en el caso en el que la masa solidificada esté en un crisol refractario, es posible perforar la superficie de la masa solidificada para introducir un medio de elevación y sacar la masa solidificada del crisol refractario. La masa solidificada obtenida se puede utilizar como bloque de refusión, sea tal y como está, sea mecanizada en la superficie y/o aserrada para ser usada como bloque de refusión. El bloque de refusión se caracteriza por lo que su proporción media de hierro es 5 veces inferior y preferentemente 10 veces inferior a la del baño de metal líquido inicial obtenido al final de la etapa de fusión. Preferentemente, la proporción de hierro y la proporción de silicio del bloque de refusión son inferiores al 0,1 % en peso y preferentemente inferiores al 0,05 % en peso.

Ventajosamente, el peso de los bloques de refusión es de por lo menos 1000 kg y preferentemente de por lo menos 1300 kg.

5/ Purificación opcional de los elementos peritéticos

Puede ser ventajoso realizar una etapa adicional que consiste en purificar los elementos peritéticos, es decir elementos cuyo coeficiente de reparto es superior a 1, en particular el cromo y el circonio. De manera ventajosa, esta etapa se realiza por precipitación de por lo menos un elemento peritético, mediante un agente precipitante selectivo que contiene boro, y separación de los productos de precipitación formados.

De manera ventajosa, esta etapa se sitúa entre las etapas de fusión y de segregación, por las siguientes ventajas técnicas:

los procedimientos de segregación no permiten la purificación de los elementos peritéticos, al contrario, porque éstos, por definición, están presentes en los primeros cristales formados. Es ventajoso purificarlos pues antes de la etapa de segregación que, al contrario, lleva a un cierto enriquecimiento de estos elementos.

5 el procedimiento de segregación según la invención permite obtener directamente metal solidificado y una segunda etapa de fusión es necesaria para la realización de la etapa de purificación de los elementos peritéticos si ésta se sitúa después de la segregación.

10 En el caso en el que la selección de los residuos haya permitido evitar la mezcla entre aleaciones que contienen diferentes elementos peritéticos, puede que esta etapa no sea necesaria.

6/ Fabricación de productos semiacabados.

15 Los bloques de refusión obtenidos por el procedimiento según la invención se pueden utilizar para la fabricación de productos semiacabados destinados a la industria aeronáutica. Los bloques de refusión obtenidos por el procedimiento según la invención son ventajosos porque permiten aportar elementos de aleación tales como Zn, Cu, Mg y Li sin aportar impurezas tales como Fe y Si, lo que no es posible con la adición directa de chatarras que contienen principalmente aleaciones de aluminio usadas en la industria aeronáutica.

20 Según un modo de realización de la invención, se funde por lo menos un bloque de refusión según la invención, con eventualmente otros tipos de lingotes de aluminio, se elabora una aleación destinada a la industria aeronáutica, típicamente una aleación de la serie 7XXX o de la serie 2XXX, se cuele dicha aleación en forma de producto semiacabado. El producto semiacabado obtenido se puede utilizar para la fabricación de un elemento de estructura de avión.

25 **Ejemplo**

En las distintas pruebas realizadas, se realizan las siguientes etapas:

30 recuperación de chatarras de aleación 7075

fusión de una cantidad suficiente de chatarras para alimentar un dispositivo de segregación

35 cristalización fraccionada con una velocidad de formación de los cristales predeterminada

escurrimiento del líquido impuro residual

40 Las pruebas se realizaron en hornos destinados a la cristalización fraccionada parecidos a los que se describen en la patente FR2788283 y provistos de un dispositivo para poder controlar la velocidad de cristalización. La figura 1 ilustra el dispositivo utilizado para las pruebas. El medio de compactación permite medir la altura H de cristales formados. Un bucle de control que actúa en la potencia de calentamiento permite programar la velocidad de cristalización a un valor predeterminado.

45 Las pruebas realizadas se describen en el cuadro 1.

Cuadro 1: Parámetros de las pruebas realizadas.

| Prueba | Diámetro crisol (mm) | Altura crisol (mm) | Peso del tocho deseado (kg) | Tiempo de cristalización (h) | Velocidad de cristalización programada (kg/h) | Fracción solidificada programada (%) | Velocidad de cristalización programada (%-h) |
|--------|----------------------|--------------------|-----------------------------|------------------------------|---|--------------------------------------|--|
| 1 | 800 | 2050 | 1550 | 20 | 78 | 74% | 3,7 |
| 2 | 800 | 2050 | 1550 | 20 | 78 | 74% | 3,7 |
| 3 | 800 | 2050 | 1350 | 12 | 113 | 64% | 5,4 |
| 4 | 800 | 2050 | 1350 | 11 | 123 | 64% | 5,8 |
| 5 | 860 | 2050 | 1700 | 12 | 142 | 74% | 6,2 |
| 6 | 860 | 2050 | 1800 | 12 | 150 | 78% | 6,5 |

50 Se realiza un análisis del metal inicial después de la fusión completa. Para la prueba nº3, no se efectuó este análisis, los lotes de chatarras siendo los mismos para todas las pruebas, la composición inicial es muy probablemente del mismo orden de magnitud para la prueba nº3 que para las otras pruebas. Se encontraron dificultades técnicas para el análisis de silicio, los resultados se dan a modo de indicación pero la precisión obtenida es mediocre.

La temperatura del metal líquido se midió cada dos horas con ayuda de un termopar. La figura 2 muestra la evolución de la temperatura con el tiempo de cristalización. El metal líquido residual se analizó al final de la operación.

- 5 Se vació el metal líquido residual al final de la prueba, por basculamiento del crisol. Esta operación final no pudo realizarse para la prueba 4.

Por último, el metal solidificado se sacó del crisol y se pesó.

$$X_i = \frac{[i]_0}{[i]_f} * \frac{1}{f_s}$$

- 10 La determinación del balance de materia que permite dar con precisión el coeficiente de purificación obtenido para cada operación resulta difícil debido a las imprecisiones sobre pesos y análisis. Se calcula un indicador X_i de la purificación para cada elemento i de la siguiente manera:

Donde

- 15 $[i]_0$ es la concentración inicial del elemento i en el metal líquido

$[i]_f$ es la concentración final del elemento i en el metal líquido

- 20 f_s es la fracción solidificada programada.

El cuadro 2 da los resultados obtenidos para las distintas pruebas.

Cuadro 2. Resultados obtenidos (nd: no determinado)

25

| Prueba | Peso medido | [Fe] ₀ | [Fe] _f | X _{Fe} | [Si] ₀ | [Si] _f | X _{Si} | [Cu] ₀ | [Cu] _f | X _{Cu} | [Zn] ₀ | [Zn] _f | X _{Zn} | [Mg] ₀ | [Mg] _f | X _{Mg} | [Cr] ₀ | [Cr] _f | X _{Cr} |
|--------|-------------|-------------------|-------------------|-----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-------------------|-------------------|-----------------|
| 1 | 1550 | 0,14 | 0,46 | 4,4 | 0,10 | 0,37 | 5,0 | 1,6 | 4,5 | 3,8 | 5,9 | 11,5 | 2,6 | 4,8 | 2,5 | nd | nd | nd | |
| 2 | 1550 | 0,16 | 0,55 | 4,6 | 0,12 | 0,37 | 4,1 | 1,4 | 4,3 | 4,0 | 5,7 | 11,5 | 2,7 | 4,9 | 2,6 | nd | nd | nd | |
| 3 | 1400 | nd | 0,54 | nd | nd | 0,41 | Nd | nd | 4,1 | nd | nd | 10,8 | nd | 4,3 | nd | Nd | nd | nd | |
| 4 | Nd | 0,15 | 0,60 | 6,2 | nd | 0,44 | Nd | 1,7 | 4,8 | 4,3 | 6,2 | 11,7 | 2,9 | 4,5 | 2,5 | 0,18 | 0,06 | 0,5 | |
| 5 | 1700 | 0,09 | 0,26 | 3,9 | 0,06 | 0,37 | 8,3 | 2,0 | 4,5 | 3,1 | 6,0 | 10,5 | 2,4 | 1,8 | 4,9 | 3,7 | 0,10 | 0,02 | 0,3 |
| 6 | 1900 | 0,14 | 0,38 | 3,5 | 0,09 | 0,24 | 3,4 | 1,7 | 3,8 | 2,9 | 6,2 | 10,4 | 2,1 | 2,5 | 4,2 | 2,2 | 0,18 | 0,09 | 0,6 |

Los pesos de metal solidificado obtenidos concuerdan de manera satisfactoria con los pesos deseados.

- 30 La figura 3 ilustra los resultados obtenidos. Los mejores resultados en término de purificación del hierro se obtienen para las pruebas 3 y 4. Además, no se nota un gran aumento de la purificación de los elementos Cu, Mg y Zn para estas pruebas que representan pues un compromiso particularmente favorable.

- 35 Los peores resultados obtenidos para las pruebas 1 y 2 pueden relacionarse con la precipitación de cristales intermetálicos de tipo Al_3Fe . Efectivamente, la temperatura alcanzada por el metal líquido al final de estas pruebas (véase figura 2) es parecida a la temperatura prevista con ayuda de modelos para el principio de la precipitación.

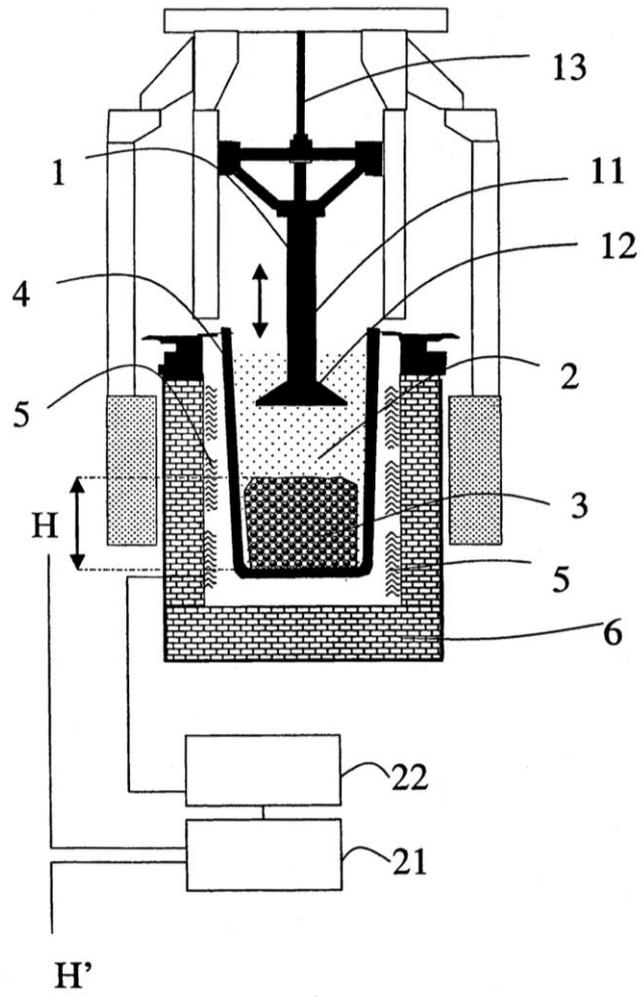
- 40 Los peores resultados obtenidos para las pruebas 5 y 6 pueden relacionarse con la ausencia, en este caso, de refusión parcial de la masa solidificada durante la operación. Efectivamente, la refusión parcial de la masa solidificada durante la operación lleva a una purificación adicional. En ciertos casos, los resultados obtenidos en las condiciones de las pruebas 1, 2, 5 o 6 pueden resultar suficientes, especialmente para mezclas de chatarras poco enriquecidas con hierro y silicio que no precisan una purificación forzada.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de un bloque de refusión a base de aluminio, destinado a la elaboración de una aleación de aluminio para la industria aeronáutica, en el que
 - (i) se suministran chatarras que contienen principalmente aleaciones de aluminio que pertenecen a las series 2xxx, 6xxx y 7xxx, durante una etapa de suministro;
 - (ii) se funden las correspondientes chatarras en un horno de fusión para obtener un baño de metal líquido inicial, durante una etapa de fusión;
 - (iii) el baño de metal líquido inicial se somete a una purificación por cristalización fraccionada para obtener una masa solidificada y un baño de líquido residual, durante una etapa de segregación;
 - (iv) se recupera la masa solidificada para obtener un bloque de refusión, durante una etapa de recuperación; en el que el conjunto del metal se carga inicialmente y se somete después a la cristalización fraccionada. La velocidad de cristalización dada en masa de cristales formados, expresados en porcentaje del peso inicialmente cargado, por hora de cristalización está comprendida entre unos 3,8 %/h y unos 6,2 %/h.
2. Procedimiento según la reivindicación 1 en el que las correspondientes chatarras comprenden principalmente aleaciones de la serie 7XXX preferentemente integradas en el grupo constituido por 7010, 7040, 7050, 7150, 7250, 7055, 7056, 7068, 7049, 7140, 7149, 7249, 7349, 7449, 7075, 7175 y 7475 o de la serie 2XXX.
3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2 en el que la correspondiente masa solidificada se somete a por lo menos una refusión parcial durante la etapa de segregación.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que la correspondiente cristalización fraccionada se realiza con ayuda de un dispositivo que permite efectuar la cristalización a una velocidad predeterminada.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la velocidad de cristalización dada en masa de cristales formados, expresados en porcentaje del peso inicialmente cargado, por hora de cristalización está comprendida entre 4 %/h y 6 %/h
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en el que la velocidad de cristalización está comprendida entre unos 90 kg/h y unos 140 kg/h y preferentemente entre unos 100 kg/h y unos 130 kg/h.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6 en el que la etapa de segregación se realiza con ayuda de un dispositivo que comprende un crisol refractario (4), un horno (6) provisto de por lo menos un medio de calentamiento (5), por lo menos un medio de compactación (1) que comprende una cabeza de compactación (12), una varilla solidaria con esta cabeza (11) y medios para desplazar verticalmente el conjunto varilla-cabeza (13), el correspondiente dispositivo comprende también un medio que permite medir la altura de la masa sólida H y medios para manejar el funcionamiento del o de los medios de calentamiento, con arreglo a H y el valor de referencia H', y en el que el medio de compactación (1) se somete alternativamente a inmersiones y emersiones.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en el que la relación entre la masa del bloque de refusión obtenido y la masa inicial de chatarras fundidas está comprendida entre unos 50 % y unos 90 % y preferentemente entre unos 60 % y unos 80 %.
9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que la etapa de segregación se realiza con ayuda de un dispositivo que comprende un crisol refractario (4), un horno (6) provisto de por lo menos un medio de calentamiento (5), por lo menos un medio de compactación (1) que comprende una cabeza de compactación (12), una varilla solidaria con esta cabeza (11) y medios para desplazar verticalmente el conjunto varilla-cabeza (13), un medio de medida que permite la medida continua de la temperatura del metal líquido y un bucle de control que permite el manejo de los medios de calentamiento con arreglo a la temperatura del metal líquido, y en el que se impone una predeterminada velocidad de bajada de temperatura del metal líquido.
10. Procedimiento según la reivindicación 9 en el que la correspondiente predeterminada velocidad de bajada de temperatura del metal líquido está comprendida entre 1 y 5 °C/h y preferentemente entre 2 y 4 °C/h.
11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en el que la etapa de segregación se detiene cuando la temperatura del metal líquido alcanza los 570 °C y preferentemente cuando alcanza los 580 °C.
12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 en el que un escurrimiento se efectúa durante la etapa de recuperación.

- 5
13. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en el que la suma de las proporciones de Zn, Cu, Mg y Li del correspondiente bloque de refusión es de por lo menos un 3 % en peso, preferentemente de por lo menos un 4 % en peso y más preferentemente de por lo menos un 5 % en peso.
14. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 en el que el correspondiente bloque de refusión tiene un peso de por lo menos 1000 kg y preferentemente de por lo menos 1300 kg.
- 10
15. Procedimiento de fabricación de un producto semiacabado en el que se funde por lo menos un bloque de refusión obtenido por el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, se elabora una aleación destinada a la industria aeronáutica, típicamente una aleación de la serie 7XXX o de la serie 2XXX, se cuela dicha aleación en forma de producto semiacabado.

Figura 1



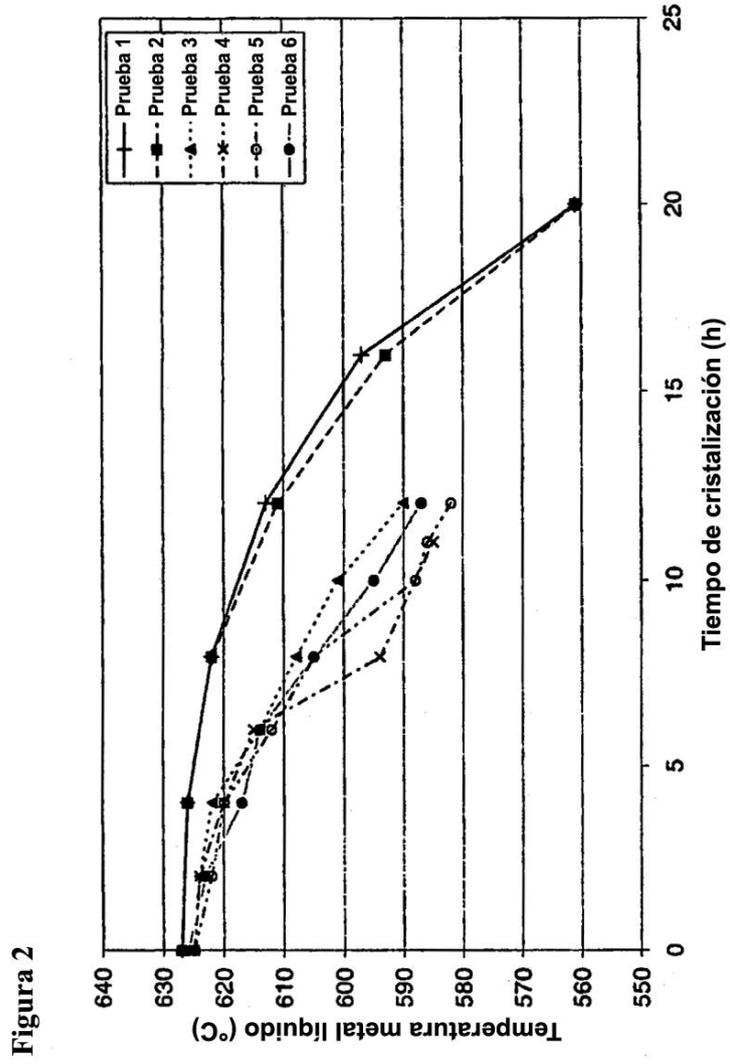


Figura 3

