

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 598 239**

51 Int. Cl.:

<b>C22C 14/00</b>	(2006.01)
<b>C22C 1/04</b>	(2006.01)
<b>C22C 29/18</b>	(2006.01)
<b>C22C 32/00</b>	(2006.01)
<b>B22F 3/105</b>	(2006.01)
<b>B22F 3/14</b>	(2006.01)
<b>B22F 5/04</b>	(2006.01)
<b>C04B 35/645</b>	(2006.01)
<b>F01D 5/28</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.03.2012 PCT/IB2012/051527**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.10.2012 WO12131625**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.03.2012 E 12715193 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.08.2016 EP 2691551**

54 Título: **Procedimiento de fabricación por sinterización flash de una pieza de forma compleja**

30 Prioridad:

**31.03.2011 FR 1152761**

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

**26.01.2017**

73 Titular/es:

**CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE (100.0%)  
3, rue Michel-Ange  
75016 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**COURET, ALAIN;  
MONCHOUX, JEAN-PHILIPPE;  
DURAND, LISE;  
JABBAR, HOURIA y  
VOISIN, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 598 239 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).

## DESCRIPCION

Procedimiento de fabricación por sinterización flash de una pieza de forma compleja

El invento trata de un procedimiento de fabricación por sinterización flash de una pieza de forma compleja, tal como una preforma cerca de cotas de un álabe de una turbina.

5 La sinterización flash (igualmente conocida bajo el acrónimo "SPS" del inglés "Spark Plasma Sintering") es una técnica de sinterización en la cual un material pulverulento es compactado sometiéndole a una presión monoaxial en el interior de una matriz calentándole al mismo tiempo rápidamente mediante la aplicación de una corriente eléctrica. La rapidez del calentamiento limita los procesos de difusión y permite de esta manera la obtención de materiales que presentan microestructuras originales. Para las aleaciones intermetálicas, el interés reside principalmente en la limitación del engrosamiento de los granos y en consecuencia en el refinamiento de las microestructuras.

10 El artículo de R. Orru et. al. "Consolidation / synthesis of materials by electric current activated / assisted sintering", Material Science and Engineering R 63 (2009) 127-287, proporciona una presentación general de esta técnica. Conviene observar que, en esta publicación, se entiende por "SPS" únicamente los procedimientos de sinterización en los cuales la corriente eléctrica se aplica bajo la forma de impulsos de corriente continua (es decir, sin inversión de polaridad). En el marco del presente invento, la expresión "fritage flash" ("sinterización flash") debe entenderse de una manera más general, incluyendo también las variantes en las cuales la corriente es de tipo alterna, o continua no pulsante.

15 La mayoría de los estudios sobre la sinterización flash se concentran en la realización de piezas cilíndricas, o como mucho prismáticas. Incluso desde un punto de vista industrial, esta técnica se utiliza principalmente para realizar discos, cilindros o prismas que son mecanizados a continuación para obtener piezas más complejas. Este enfoque es costoso y no permite explotar eficazmente ciertos materiales con propiedades mecánicas interesantes, pero difícilmente mecanizables.

20 Como alternativa o como complemento, se sabe recurrir a la sinterización flash para ensamblar elementos más sencillos, que pueden ser obtenidos previamente por sinterización flash (ver a este respecto el documento FR 2 906 242). La necesidad de haber recurrido a varias etapas de sinterización supone un aumento de los costes. En todo caso, tal enfoque no conviene para todas las aplicaciones pues no permite realizar ensamblajes de un pequeño número de piezas de forma sencilla (plancha, cilindro, prisma, etc.)

25 La fabricación "directa" por sinterización flash de piezas que presentan formas más complejas ha sido considerada siempre muy difícil y ha sido objeto de un número relativamente limitado de estudios académicos y de realizaciones industriales.

30 El artículo de E. Olevsky y al "Fundamentals of Spark-Plasma Sintering: Applications to Net-Shaping of High Strength Temperature Resistant Components", Material Science Forums Vols. 654-656 (2010) pp. 412-415, da fe de la fabricación de piezas en forma de cilindro o prisma de poca altura y de sección circular, en las cuales sólo las bases están estructuradas por la presencia de nervaduras. Los autores insisten en el hecho de que es poco usual-y difícil- fabricar piezas de forma compleja por sinterización flash. Incluso en el caso que ellos consideran relativamente sencillo, la microestructura de las piezas realizadas aparece sensiblemente de manera no homogénea.

35 El artículo de Guy Molenat y el "Application of Spark Plasma Sintering to Titanium Aluminide Alloys", Advanced Engineering Materials 2007, 9, No/8, estudia la sinterización flash del TiAl. Aunque la aplicación a la realización de álabes de turbina sea equivocada, de una manera general, como un objetivo a alcanzar, sólo son fabricadas de manera efectiva muestras cilíndricas.

40 El documento EP 0 535 593 da fe de la fabricación por sinterización flash de piezas de forma espiral, con simetría casi cilíndrica. El procedimiento de fabricación necesita una etapa de compactación previa a la sinterización.

45 El documento FR 2 512 146 describe la realización por sinterización flash de pequeñas delgadas que pueden ser utilizadas como pastillas de freno.

El documento JP 2004-168632 describe la fabricación de un inyector de forma afilada por sinterización flash en dos etapas.

El documento JP 1228730 describe la fabricación por sinterización flash de una rosca en forma de rodillo cilíndrico con uno o varios rebajes afilados.

50 El documento JP 3267552 describe la fabricación de un faldón de pistón, que comprende una etapa de realización, por sinterización flash, de una preforma globalmente cilíndrica, seguida de una etapa de embutido profundo de la citada preforma.

El documento WO 2009/004444 describe la realización por sinterización flash de piezas huecas, de forma sensiblemente hemisférica, en un material poroso biocompatible.

- En todos los casos citados anteriormente nos quedamos en el marco de piezas relativamente sencillas, esencialmente con simetría cilíndrica (EP 0 535 593, JP 2004- 168632, JP 1228730, JP 1228730, JP 3267552) o como mucho en forma de plancha relativamente sencilla (FR 2 512 146, WO 2009/004444). Incluso para estas formas relativamente sencillas, es necesario a veces un procedimiento de varias etapas (EP 0 535 593: compactación previa; JP 2004-168632: sinterización flash de dos etapas; JP 326 7552: embutido de una preforma). Por otra parte, las aplicaciones consideradas por los documentos citados anteriormente son generalmente poco exigentes desde el punto de vista mecánico, lo que permite un cierto grado de falta de homogeneidad de la microestructura de las piezas fabricadas (en el caso del documento WO 2009/004444, se busca incluso una porosidad elevada).
- El artículo de Kiyotaka Kato y al. "Trial manufacturing of TiAl parts by injection molding", 17 marzo 1999 Chemical Abstract Service, Columbus, Ohio (Estados Unidos), da fe de la fabricación de piezas de TiAl en forma de álabes de turbina por un procedimiento de moldeado por inyección. Las piezas así obtenidas presentan una densidad relativamente no homogénea y una porosidad no desdeñable.
- El artículo de Molenat, G. y Al. "Application of spark plasma sintering to titanium aluminum alloys", ADVANCED ENGINEERING MATERIALS, 9(8), 667-669 CODEN: AENMFY; ISN: 1438-1656, 2007, da fe de la fabricación de piezas en forma de cilindro por sinterización flash.
- El invento contempla remediar estos inconvenientes citados anteriormente de la técnica anterior y permitir la realización directa por sinterización flash de piezas de forma compleja que presentan una microestructura muy compacta y homogénea, y que pueden de hecho estar expuestas a sollicitaciones mecánicas importantes. Estas piezas pueden ser, por ejemplo, una preforma cerca de cotas de álabes de turbina, que comprenden una base masiva y una vaina en forma de bucle a izquierdas. Según el conocimiento de los inventores, la sinterización flash no ha sido aplicada nunca a la fabricación de elementos tan complejos. Como mucho, se conoce de los documentos WO 2010/092298 y FR 2 941 965 haber recurrido a una técnica de sinterización flash para depositar una fina capa de revestimiento de cerámica sobre unos álabes de turbina de superaleación, fabricados por arrastre de monocristales seguido de un mecanizado de la superficie.
- El objeto del invento es el procedimiento de fabricación definido en la reivindicación 1.
- Se entiende por "varilla" una pieza, de sección constante o variable, que presenta un alargamiento en una dirección y que puede estar inscrita en un cilindro o prisma de longitud L y de diámetro (o lado) de la base D, de relación L/D superior o igual a 2 y preferentemente superior o igual a 4.
- Se entiende por "plancha" un volumen limitado por dos caras planas, distantes de un espesor e, pequeño frente a las demás dimensiones  $d_1, d_2$ , con unas relaciones  $d_1/e$  y  $d_2/e$  superiores o iguales a 3 y preferentemente superiores o iguales a 5.
- Se entiende por "bisel" un volumen limitado por dos superficies planas casi paralelas ( que forman un ángulo inferior o igual a 15°), distantes un espesor medio  $e_m$  pequeño frente a las demás dimensiones  $d_1$  y  $d_2$  con unas relaciones  $d_1/e_m$  y  $d_2/e_m$  superiores o iguales a 3 y preferentemente superiores o iguales a 5.
- Se entiende por "vaina" un volumen limitado por dos superficies no planas, casi paralelas (ángulo inferior o igual a 15°), distantes un espesor medio  $e_m$  pequeño frente a las demás dimensiones  $d_1, d_2$  con unas relaciones  $d_1/e_m$  y  $d_2/e_m$  superiores o iguales a 3 y preferentemente superiores o iguales a 5.
- Se entiende por "pieza masiva" una pieza en la cual la relación entre la mayor y la menor dimensiones no excede de un factor 2.
- Se entiende por "base" de una pieza, maciza o bien del tipo plancha o vaina, aquella o aquellas de sus mayores dimensiones que son sensiblemente perpendiculares a la citada dimensión de alargamiento de la citada primera parte. Preferentemente. Las citadas mayores dimensiones de una base no deberían exceder la mitad de la mayor dimensión de la citada primera parte.
- Con el procedimiento según el invento, la sinterización flash se hace en condiciones de matriz flotante. Para que el material esté en condiciones de "matriz flotante" es necesario que en todos los puntos del citado material que están en contacto con las superficies de apoyo laterales, el material pueda desplazarse en el transcurso de la densificación paralelamente a las citadas superficies de apoyo laterales, debiendo comprender el vector de desplazamiento correspondiente, por otra parte, una componente no nula paralela a la dirección de aplicación de la presión. Se entiende por "superficie de apoyo lateral" a toda superficie de un pistón, de un inserto, o de la matriz en contacto con el material y sensiblemente paralela a la dirección de aplicación de la presión o, más generalmente, a la que forma un ángulo de 45° con la citada dirección.
- Según unos modos de realización particulares del procedimiento del invento:
- Al menos los dos citados pistones y la pieza a fabricar (y, llegado el caso, las piezas de transmisión de la fuerza) pueden estar rodeadas de piezas llamadas insertos que presentan una sección generalmente en "D", con una

primera superficie que se ajusta a la forma de un conjunto que comprende la matriz, los pistones, el material constitutivo pulverulento y los insertos y una segunda superficie en forma de arco cilíndrico que se ajusta a la forma de la superficie interna de la matriz.

- 5 - El procedimiento puede comprender una etapa previa de calibrado de las temperaturas, de tal manera que asocian a cada valor de la temperatura medida en un punto de la matriz o de los pistones por un captador, un campo de temperaturas en el interior de un conjunto que comprende la matriz, los pistones, el material constitutivo pulverulento y los eventuales insertos; y un sistema de control para controlar la potencia de la corriente eléctrica de tal manera que controla la diferencia entre la temperatura medida por el citado captador y una temperatura de consigna. Ventajosamente, la citada temperatura de consigna puede ser determinada por modelización numérica.
- 10 - El citado material constitutivo pulverulento puede ser a base de una aleación metálica, por ejemplo, una aleación a base de titanio, o bien de una aleación intermetálica, por ejemplo, con base de TiAl. Se entiende por "aleación con base de TiAl" una aleación que comprende al menos 40% y preferentemente, al menos 45% de Ti, y al menos 40% y, preferentemente, al menos 45% de Al. Los porcentajes se refieren a la composición atómica. Como variante, el citado material constitutivo pulverulento puede comprender un metal, tal como Nb o Mo y un siliciuro del mismo (o de otro) metal, así como eventuales elementos aditivos o de aleación tales como Ti, Cf, Hf, Al, etc.
- 15 - La citada primera parte de la pieza a fabricar puede ser una vaina a izquierdas. Se entiende por "vaina a izquierdas" una vaina (ver definición anteriormente) cuyas superficies casi paralelas no son regladas, es decir, no pueden ser generadas por el desplazamiento de una recta.
- 20 - La citada pieza a fabricar puede ser en particular una preforma de un álabe de una turbina cerca de cotas. Se llama "cerca de cotas" a una preforma en la que ningún punto de la superficie se aparta de la forma de la pieza final más de 1 mm.

Con el procedimiento según el invento, se puede obtener un álabe de turbina con una aleación intermetálica con base de TiAl sinterizada por sinterización flash, presentando preferentemente una porosidad de fracción volumétrica inferior o igual a 0,1 %, y preferentemente inferior o igual a 0,01 %, y preferentemente que no presente ninguna porosidad detectable (por ejemplo, por microscopía electrónica de barrido). En efecto, los intermetálicos con base de TiAl son materiales particularmente atractivos para la fabricación de álabes de turbina, pues su densidad es cerca de la mitad (4 g/cm<sup>3</sup> aprox.) de la de las superaleaciones utilizadas corrientemente para esta aplicación (8 g/cm<sup>3</sup> aprox.). Sin embargo, se trata de materiales difíciles y costosos de fabricar: habría sido por lo tanto económicamente no rentable fabricar un álabe de turbina con intermetálicos con base de TiAl a partir de una preforma convencional, de forma cilíndrica o prismática, realizada por los procedimientos de sinterización flash de la técnica anterior. La realización de álabes de turbina con aleación intermetálica con base de TiAl por metalurgia de polvo a un precio competitivo no ha sido posible más que por el procedimiento del invento. Además, el procedimiento por sinterización flash aporta una mejora de las propiedades mecánicas mediante un refinamiento de las microestructuras.

35 Con el procedimiento según el invento, se puede obtener un álabe de turbina con base metal-siliciuro (por ejemplo con base Nb/Nb<sub>5</sub> Si<sub>3</sub> o Mo/MoSi<sub>2</sub>, que contenga eventuales elementos de aleación tales como Ti, Cr, Hf, Al, etc.), sinterizada por sinterización flash, que presente preferentemente una porosidad de fracción volumétrica inferior o igual a 0,1%, y preferentemente inferior o igual a 0,01%, y preferentemente, que no presente ninguna porosidad detectable (por ejemplo, por microscopía electrónica de barrido).

40 Otras características, detalles y ventajas del invento surgirán con la lectura de la descripción hecha con referencia a los dibujos anexos dados a título de ejemplo y que representan, respectivamente:

- La figura 1, una preforma cerca de cotas de un álabe de turbina de TiAl por el procedimiento del invento;
- La figura 2A, una vista en corte de una preforma idéntica a la de la figura 1;
- 45 - Las figuras 2B-2E, cuatro imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido que muestran la buena densificación (figuras de la izquierda) y la microestructura (figuras de la derecha) de diferentes partes de la preforma de la figura 2A;
- La figura 3, una vista despiezada del ensamblaje constituido por la matriz de sinterización, los dos pistones de aplicación de una presión monoaxial, los insertos periféricos en forma de "D" y la pieza sinterizada (una preforma de álabe de turbina), según un modo de realización del presente invento;
- La figura 4, una vista del ensamblaje de la figura 3 en condiciones operacionales;
- 50 - La figura 5A, la fabricación de una preforma de álabe de turbina según un procedimiento contrario al mostrado con el presente invento;
- Las figuras 5B y 5C, dos imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido que muestran la microestructura de diferentes partes de una preforma en TiAl obtenida por el procedimiento de la figura 5A;

- La figura 6, una vista despiezada del ensamblaje constituido por la matriz de sinterización, los dos pistones de aplicación de una presión monoaxial, los insertos periféricos en forma de "D", piezas de transmisión de la fuerza y la pieza sinterizada (una preforma de álabe de turbina), según un modo de realización alternativo del presente invento, y

5 - La figura 7, una imagen obtenida por microscopía electrónica de barrido que muestra la microestructura de una preforma en Nb/Nb<sub>3</sub>Si<sub>3</sub> obtenida por un procedimiento según el invento.

La figura 1 muestra una preforma PF de álabe de turbina realizada con base de TiAl por un procedimiento de sinterización flash según el invento. Esta preforma- de una altura de 36 mm- es sensiblemente idéntica al álabe terminado, y no necesita nada más que una etapa de acabado, con una retirada de un espesor de material del orden de 0,5 mm. Puede pues ser calificada de "cerca de cotas". El espesor de material a retirar puede ser reducido posteriormente, hasta un valor del orden de 0,1 mm correspondiente a una capa de contaminación del material por el grafito. Exactamente como un álabe preparado para su utilización, la preforma PF comprende una base B masiva, de forma compleja, que no puede ser definida a partir de un pequeño número de formas geométricas sencillas, y una vela V en forma de vaina a izquierdas, que presenta un alargamiento marcado según un eje "X". Es inmediato constatar que la forma de esta `pieza es más compleja que la de todos los objetos cuya fabricación por sinterización flash ha sido descrita en los documentos de la técnica anterior citados más arriba.

De acuerdo con el invento, la preforma PF puede ser fabricada por sinterización flash utilizando el dispositivo representado en las figuras 3 (vista despiezada) y 4 (vista en condiciones operacionales). Este dispositivo comprende una matriz cilíndrica M realizada en un material conductor de electricidad, típicamente de grafito, y dos pistones P1 y P2, igualmente de un material conductor (generalmente el mismo que el utilizado para la matriz) que se deslizan por el interior del hueco central de la matriz M, en una dirección llamada axial ("z"). Estos pistones sirven para aplicar una presión monoaxial, según el eje z, al material pulverulento destinado a formar la preforma PF. Esta presión se aplica por medio de las caras de apoyo F1, F2 que cooperan para definir la citada preforma.

Para facilitar el desmoldeo de la pieza, su forma prevé unos cortes, por ejemplo de 5° y/o unos rebajes). Se puede asegurar una lubricación mediante una pulverización a base de grafito sobre las diferentes superficies de contacto material/grafito y grafito/grafito.

Como variante, es posible utilizar más de dos pistones, de tal manera que se limitan los riesgos de rotura y/o se permite la aplicación de presiones diferentes en diferentes puntos de la pieza durante la fabricación.

Se observará que, en el ensamblaje de las figuras 3 y 4, la presión se aplica perpendicularmente a la dirección de alargamiento de la vela V o, lo que viene a ser lo mismo, paralelamente al espesor (la dimensión más pequeña) de la citada vela. Como aparecerá claramente a continuación, esta orientación constituye una característica importante del procedimiento del invento. Este montaje asegura que la sinterización se realiza en condiciones de matriz flotante, habiendo sido definidas estas condiciones anteriormente; esto permite la obtención de un material compacto en toda la pieza, a pesar de la forma irregular de esta última.

Debido a la orientación citada anteriormente de la preforma PF a fabricar, las secciones de los pistones P1 y P2 presentan un alargamiento en la dirección x. Sin embargo, el hueco central de la matriz M debe presentar una sección sensiblemente circular, o en todo caso sin aristas vivas, con el fin de evitar una concentración de esfuerzos que podría conducir a su rotura. La adaptación entre los pistones y el hueco central de la matriz se realiza por medio de unos insertos ID1, ID2, que presentan una sección generalmente en "D" o en media luna, con una primera superficie que se ajusta a la forma del citado conjunto y una segunda superficie en forma de arco cilíndrico, que se ajusta a la forma de la superficie interna de la matriz (es decir, de su hueco central). Los insertos ID1 y ID2 están realizados preferentemente en el mismo material que la matriz y los pistones (generalmente de grafito) con el fin de asegurar una dilatación térmica tan uniforme como sea posible de los diferentes elementos de ensamblaje. Por lo tanto, el número de insertos puede ser distinto de dos.

Como es generalmente el caso para todo procedimiento de sinterización flash, el material constitutivo de la pieza a realizar ( o su precursor) se introduce bajo la forma de polvo en el molde, después se aplica una presión por los pistones en la dirección axial z mientras que una corriente eléctrica atraviesa el conjunto para realizar un calentamiento rápido por efecto Joule. Si el material constitutivo es conductor, es directamente atravesado por la corriente eléctrica y se genera calor localmente; si este material no es conductor, el calor se genera en el molde (que, él sí que es conductor) y lo transfiere al material por conducción.

La temperatura a la cual el material pulverulento se calienta es un parámetro importante del procedimiento, pues tiene gran influencia sobre la microestructura de la pieza así obtenida; debe pues ser tan uniforme como sea posible sobre el conjunto de la pieza. Esto puede ser crítico en el caso de una pieza compleja pues la forma irregular de esta última tiende a introducir una distribución de la corriente eléctrica, y de esta manera, una temperatura no homogénea. En estas condiciones, las diferencias de temperaturas pueden producirse entre diferentes puntos de la pieza, lo que es susceptible de provocar una degradación importante de sus propiedades mecánicas. En particular, existe el riesgo de sobrecalentamiento que pueda llegar hasta la fusión localizada del material.

Una dificultad la constituye el hecho de que la temperaturas de las diferentes partes de la pieza no pueda medirse durante la operación de sinterización; típicamente, la temperatura puede medirse en tiempo real solamente en algunos puntos de la matriz o de los pistones, gracias a uno o varios captadores térmicos tales como pirómetros o termopares. Se procede entonces a un escalonamiento: el conjunto constituido por la matriz, los pistones, los insertos y el material pulverulento se concibe, después se modeliza sirviéndose de útiles CAO. El efecto Joule del cual el dispositivo es la sede se simula a continuación utilizando el método de los elementos finitos, resolviendo las ecuaciones emparejadas del calor y de la electricidad simultáneamente en todo el dispositivo; ver a este propósito el artículo de G. Molenat, L. Durand, J. Galy, y A. Couret, "Temperature Control in Spark Plasma sintering; An FEM APPROACH", Journal of Metallurgy Vol. 2010, Artículo ID 145431. De esta manera, es posible asociar a cada valor de temperatura medida por el pirómetro o el termopar una distribución de la temperatura en el interior del dispositivo y del material. Esta simulación permite una evaluación de la temperatura del material en todos los puntos, lo que evita en particular cualquier sobrecalentamiento, mediante el sistema de control de la potencia de la corriente eléctrica a la temperatura de consigna.

La preforma de la figura 1 ha sido fabricada con una Machine SPS del tipo "Sumitomo 2080" aplicando una presión de 100 MPa y llevando al material constitutivo (TiAl) a una temperatura de alrededor de 1200°C (temperatura medida por el pirómetro, correspondiente a una temperatura en el núcleo de la pieza de alrededor de 1260°C) por medio de una serie de impulsos de corriente continua (pendiente de temperatura de consigna de 100°C/min hasta 1125°C, a continuación de 25°C/min hasta 1200°C, seguida de un mantenimiento durante dos minutos- estando medidas las temperaturas por un pirómetro que vigila la superficie exterior de la matriz) . Como muestran las figuras 2A-2E, estas condiciones operacionales han permitido obtener un material muy compacto y homogéneo, sin ninguna porosidad visible al microscopio electrónico de barrido. Como esto aparece en las figuras. La microestructura de TiAl compactada es del tipo bifasada en el conjunto de la pieza.

A título de ejemplo comparativo, la figura 5A muestra una configuración de sinterización flash en la cual la presión se aplica paralelamente en el eje de alargamiento de la vela. Tal configuración no permite satisfacer las condiciones de matriz flotante pues, en la parte destinada a formar el vértice de la vela, el material no puede desplazarse paralelamente a las superficies de apoyo laterales que delimitan las caras principales de la citada vela, ni paralelamente a la dirección de aplicación de la presión. Una observación al microscopio electrónico de barrido muestra que si la compacidad de la base es satisfactoria (figura 5C), el vértice de la vela es muy poroso (figura 5B). Un álabe de turbina fabricada utilizando esta configuración presentaría propiedades mecánicas insuficientes para permitir su utilización. Se observará que las figuras 5A-5C se refieren a un álabe cuya vela presenta un alargamiento netamente menos pronunciado que la de la pieza considerada con referencia a las figuras 1 a 4. Si se intentase realizar la pieza de la figura 1 en la configuración de la figura 5A, se obtendría un estado de compactación de la vela todavía menos satisfactorio, con incluso más heterogeneidades microestructurales. Lo que confirma la importancia de la orientación de la pieza en la matriz de sinterización.

El procedimiento del invento ha sido descrito con detalle en referencia a la fabricación de un álabe de turbina con base de TiAl. Se trata de un caso particularmente interesante, tanto en el plano conceptual (debido a la gran complejidad geométrica de una pieza así, y a las fuertes exigencias en términos de resistencia mecánica) como de aplicación, pero no limitativo. Así, el procedimiento del invento se aplica a la fabricación por sinterización flash de cualquier tipo de pieza que presente una forma compleja, comprendiendo al menos una primera parte espigada de tipo varilla, plancha bisel o vaina y al menos una segunda parte de tipo base, zócalo o pieza masiva, y que no posea un alargamiento en la dirección de alargamiento de la citada primera parte.

El material constitutivo de tal pieza puede ser todo metal, aleación intermetálica, cerámica o compuesto susceptible de ser compactado por sinterización flash.

Otra aplicación particularmente interesante del procedimiento del invento está constituida por la realización de piezas complejas- y especialmente álabes de turbina- con un compuesto metal-siliciuro. Estos materiales combinan un siliciuro, que aporta resistencia a la fluencia y a la oxidación, una matriz metálica (Nb ó Mo) que proporciona ductilidad y tenacidad (la utilización de un siliciuro sin matriz metálica es posible, pero las piezas así obtenidas serían frágiles) y eventuales elementos aditivos tales como Ti, Cr, Hf, Al. Su utilización para la realización de álabes de turbina permitiría una ganancia de cerca de 150°C sobre la temperatura de funcionamiento de los motores aeronáuticos. Sin embargo, a pesar de que las investigaciones sobre estos materiales hayan comenzado en los años 80 del siglo 20, su utilización no ha estado siempre dominada.

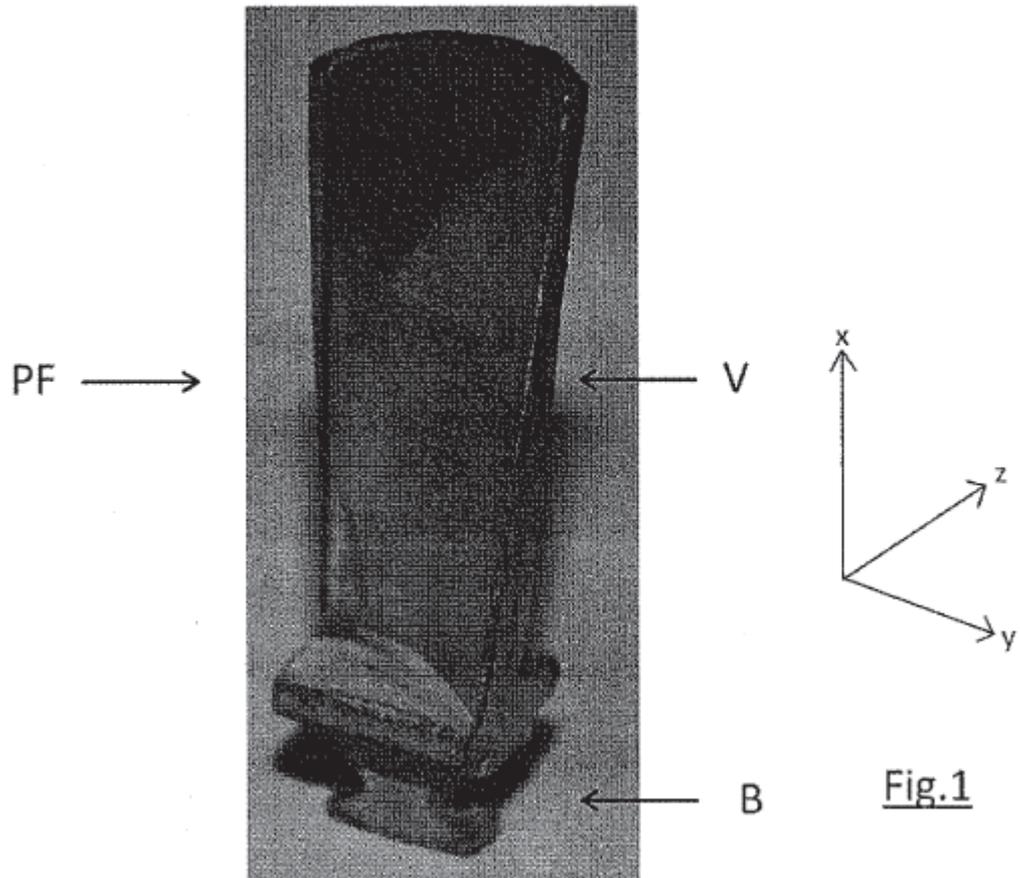
Una preforma de un álabe parecida a la de la figura 1 ha sido realizada utilizando, como material constitutivo, una mezcla al 50%-50% en volumen de dos polvos comprados a Alfa Aesar: Nb puro y Nb<sub>5</sub> Si<sub>3</sub>.

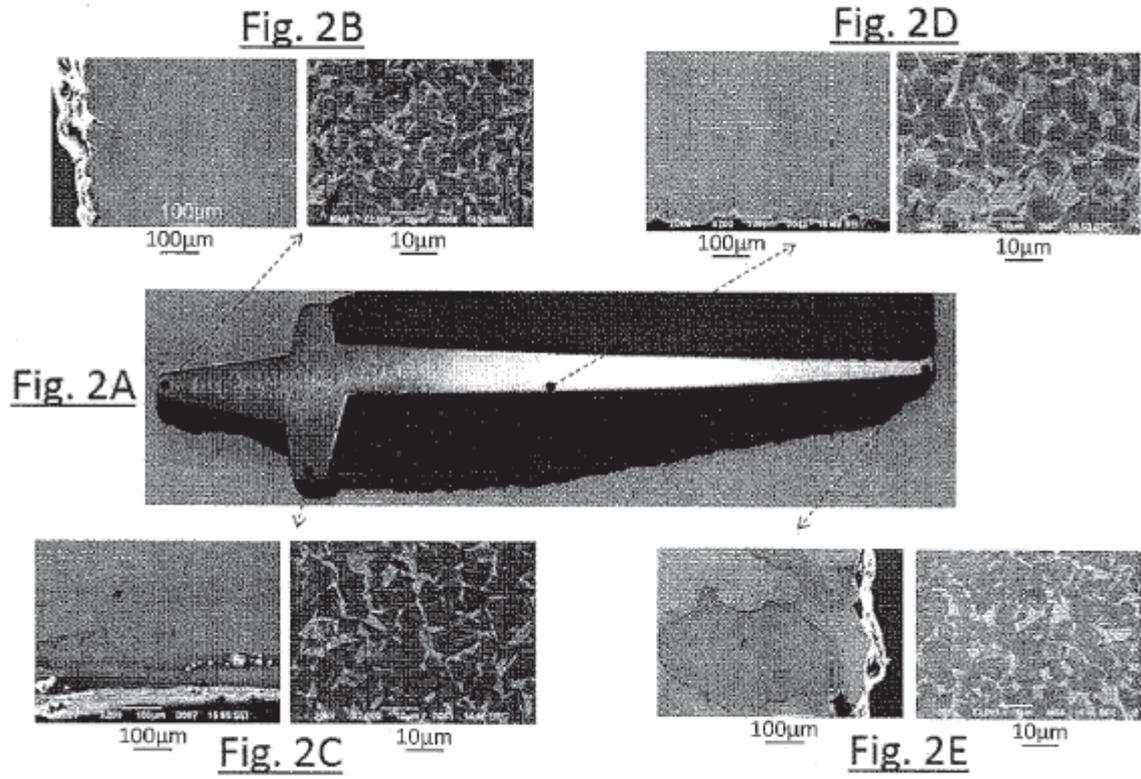
La sinterización flash se ha efectuado aplicando una presión de 125 MPa durante 2 minutos a una temperatura en el núcleo de 1700°C (rampa de temperatura de consigna de 100°C/min hasta 1525°C, a continuación de 25°C/min hasta 1600°C seguido de un mantenimiento durante dos minutos, estando medidas estas temperaturas por el pirómetro). Estas condiciones son sensiblemente más exigentes que las que permite la sinterización del TiAl, El procedimiento ha sido utilizado con el aparellaje ilustrado en la figura 6. Se puede observar sobre esta figura que la matriz recubre más completamente los pistones para mejorar la circulación de la corriente eléctrica y obtener así un mejor reparto del calor en el seno del ensamblaje. Además, están interpuestas unas piezas de transmisión de la

- 5 fuerza PT1-PT5 entre los pistones y el material constitutivo. Estas piezas llevan unas superficies de apoyo que cooperan para definir la forma de la pieza; de una manera más precisa, en el ejemplo de la figura 6, las superficies de apoyo soportadas por las piezas de transmisión de fuerza definen la vela del álabe y la parte inferior de su zócalo, estando definida la parte superior del zócalo por unas superficies de apoyo soportadas por los pistones. Como se puede ver en la figura 7, la microestructura obtenida es bifásica, conteniendo además óxidos (regiones oscuras), cuya aparición se debe a las elevadas temperaturas puestas en juego. Subsisten unas porosidades del orden de la micra pues la composición del material no ha sido optimizada.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de fabricación por sinterización flash de una pieza (PF) ,metálica, cerámica o de un compuesto a partir de un material constitutivo pulverulento, que comprende una sola etapa de sinterización flash que consiste en la aplicación simultánea, en el interior de una matriz (M) de material conductor de la electricidad y que comprende un vacío central sin aristas vivas, de una presión monoaxial y de una corriente eléctrica al citado material constitutivo pulverulento, siendo aplicada la citada presión monoaxial, directamente o a través de unas piezas de transmisión de fuerza (PT1-PT5) conductoras de la electricidad, por medio de al menos dos pistones (P1, P2) conductores igualmente de la electricidad, que se deslizan uno hacia otro en el interior de la citada matriz, presentando los citados pistones y/o las citadas piezas de transmisión de fuerza unas superficies de apoyo en contacto con el citado material constitutivo pulverulento y cooperando entre sí para definir la forma de la pieza a fabricar, en el cual:
- las citadas superficies de apoyo cooperan para definir una forma compleja de la pieza a fabricar, presentando la citada pieza a fabricar una forma que comprende al menos una primera parte (V) alargada del tipo varilla, plancha, bisel o vaina y una segunda parte (B) del tipo base, zócalo o pieza masiva, que no posee ningún alargamiento en la dirección de alargamiento de la citada primera parte;
  - la citada presión monoaxial se aplica en una dirección (z) paralela a la dimensión más pequeña de la primera parte de la pieza, o de una de sus dos dimensiones más pequeñas si se trata de una varilla,
- la citada pieza así fabricada presenta una microestructura compacta y homogénea.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual al menos los dos citados pistones y la pieza a fabricar están rodeados de unos insertos (ID1, ID2) que presentan una sección generalmente en "D", con una primera superficie que se ajusta a la forma de un conjunto que comprende la matriz, los pistones, el material constitutivo pulverulento y los insertos y una segunda superficie en forma de arco cilíndrico, que se ajusta a la forma de la superficie interna de la matriz.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes que comprende;
- una etapa previa de calibrado de las temperaturas, de tal manera que se asocia a cada valor de la temperatura medida en un punto de la matriz o de los pistones por un captador de temperatura, un campo de temperaturas en el interior de un conjunto que comprende la matriz, los pistones, el material constitutivo pulverulento y los eventuales insertos;
  - un sistema de control de la potencia de la corriente eléctrica de tal manera que controle la diferencia entre la temperatura medida por el citado captador y una temperatura de consigna;
4. Procedimiento según la reivindicación precedente en el cual la temperatura de consigna está determinada por simulación numérica,
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes en el cual el material constitutivo pulverulento es a base de una aleación intermetálica.
6. Procedimiento según la reivindicación precedente en el cual la citada aleación intermetálica es una aleación a base de titanio, tal como una aleación con base de TiAl.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4 en el cual el material constitutivo pulverulento comprende un metal, tal como Nb ó Mo, y u siliciuro del mismo o de otro metal.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes en el cual la citada primera parte de la pieza a fabricar es una vaina a izquierdas.
9. Procedimiento según la reivindicación precedente en el cual la citada pieza a fabricar es una preforma de álabe de turbina cerca de cotas.





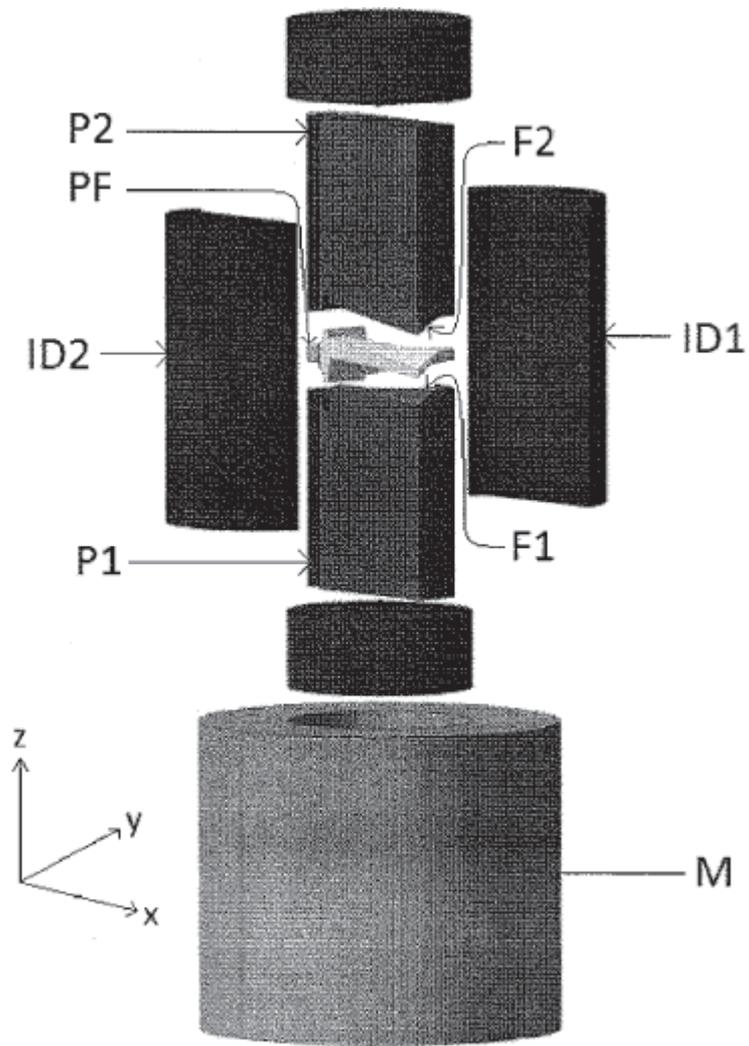


Fig. 3

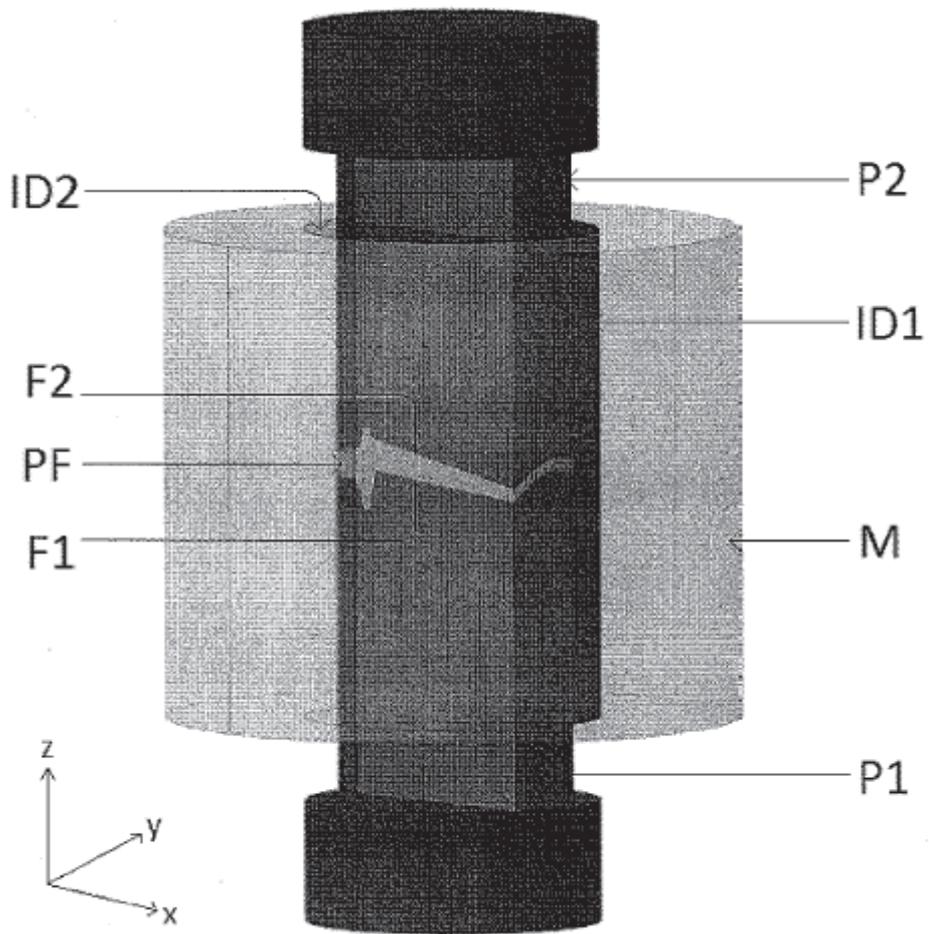


Fig. 4

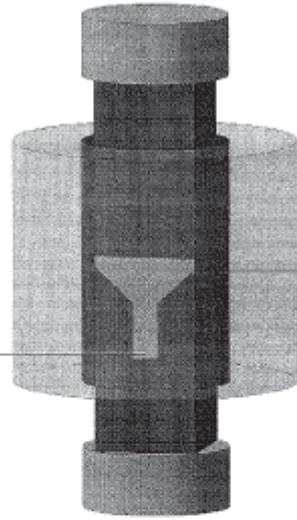


Fig.5A

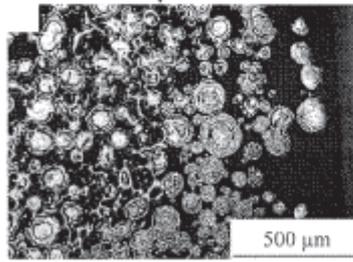


Fig.5B

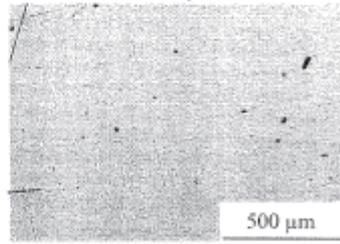


Fig.5C

