

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 601 328**

51 Int. Cl.:

**B23K 1/008** (2006.01)

**C01B 21/04** (2006.01)

**B23K 1/19** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.05.2008 PCT/FR2008/050782**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.12.2008 WO08148986**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.05.2008 E 08805736 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.08.2016 EP 2155428**

54 Título: **Procedimiento mejorado de soldadura de aluminio a presión atmosférica**

30 Prioridad:

**03.05.2007 FR 0754832**

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

**14.02.2017**

73 Titular/es:

**CENTRE REGIONAL D'INNOVATION ET DE TRANSFERT DE TECHNOLOGIE POUR LA TRANSFORMATION ET LE TRAITEMENT DES METAUX ET ALLIAGES (CRITT) (50.0%)  
Parc de Saurupt  
54000 Nancy, FR y  
L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE (50.0%)**

72 Inventor/es:

**MAZET, THIERRY;  
JULLIARD, FRANCK;  
RIDLOVA, MARTINA;  
DULCY, JACKY y  
GANTOIS, MICHEL**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 601 328 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 mejorado de soldadura de aluminio a presión atmosférica

La presente invención se refiere a un procedimiento de soldadura de aluminio a presión atmosférica y sin flujo.

5 La soldadura de aluminio es una técnica comúnmente utilizada en la industria, en particular para la realización de intercambiadores de calor principalmente destinados a la industria del automóvil, véase el documento WO-A-2005/097389.

La soldadura de aluminio consiste en unir un soporte de aluminio o de aleación de aluminio con otro elemento de aluminio o de aleación de aluminio sin ninguna pérdida de materia, por fusión de una aleación de aporte.

10 La dificultad para conseguir ensamblajes satisfactorios reside en el hecho de que desde el momento en que el aluminio se encuentra en una atmósfera que contiene ínfimas cantidades de oxidante, se oxida y la capa de alúmina formada impide la realización de una unión metalúrgica entre los elementos que se van a ensamblar. Por lo tanto, esta capa se debe reducir. Para ello, de forma clásica, la soldadura se lleva a cabo después de aplicar un flujo de decapado.

15 Dicho procedimiento utilizado clásicamente en la industria del automóvil para hacer radiadores o condensadores de aluminio en grandes series es el procedimiento llamado "NOCOLOK". Este procedimiento se lleva a cabo a presión atmosférica en atmósfera de nitrógeno, y utilizando un flujo de decapado a base de fluoroaluminatos de potasio a razón de al menos aproximadamente 3 g/m<sup>2</sup>. Sin embargo, a menudo es necesario aumentar la cantidad de flujo de decapado a valores próximos o superiores a 5 g/m<sup>2</sup> para obtener una soldadura satisfactoria. El consumo de flujo se ajusta en función del contenido de vapor de agua y de oxígeno de la atmósfera.

20 La utilización de dicho flujo plantea problemas de orden económico, tecnológico y medioambiental.

25 Se han descrito procedimientos en los que se deposita níquel en la superficie de la soldadura, para reducir el consumo de flujo utilizado durante la soldadura. Sin embargo, estos procedimientos no permiten librarse completamente de la utilización de un flujo de decapado. En estos procedimientos, el depósito de níquel se realiza lo más a menudo por vía química y necesita, por cuestiones medioambientales, un retratamiento de las disoluciones utilizadas. Los baños de tratamiento se deben adaptar a las dimensiones de las piezas que se van a revestir. Por lo tanto, los volúmenes de disolución química (varios m<sup>3</sup>) pueden ser elevados cuando se trata de revestir una plancha chapada de grandes dimensiones o una bobina. Por lo tanto el procedimiento es costoso y consume mucho níquel. También necesita operaciones de lavado y secado además de las que se realizan durante la soldadura.

30 También se han utilizado técnicas menos contaminantes (depósito P.V.D.), pero éstas se limitan a piezas de pequeñas dimensiones.

Por lo tanto, existe una necesidad real de un procedimiento de soldadura que permita por una parte reducir, incluso suprimir la utilización de flujo a la vez que se conserva una calidad de ensamblaje aceptable y por otra parte superar problemas ligados a la elaboración de un revestimiento de níquel por vía química o física.

35 De forma inesperada y sorprendente, los presentes inventores han encontrado que era posible responder a estas necesidades llevando a cabo un procedimiento de soldadura de aluminio a presión atmosférica según la reivindicación 1.

Por otra parte, el procedimiento según la invención podrá adoptar una o varias de las características técnicas siguientes:

40 - dicha aleación de aporte obtenida por mecano-síntesis se obtiene mediante una mezcla de NiAl diluida en un polvo de Al-Si o de Al-Si-Mg ya sintetizada o constituida por una mezcla de aluminio y de silicio, o una mezcla de aluminio, silicio y magnesio, conteniendo la aleación final de 0,05 a 10% en volumen de NiAl, de 5 a 12% de silicio y eventualmente de 0,5 a 2% de Mg.

45 También se consideran adiciones de otros elementos de aleación tales como el cobre, zinc, plata, cromo y titanio que permiten modificar las propiedades físico-químicas de la aleación de aporte o mejorar las características mecánicas o la resistencia a la corrosión.

- el hecho de que la temperatura del horno durante el ciclo de soldadura se sitúa en el intervalo de 420 a 620°C, y preferentemente se aproxima a 600°C.

- la soldadura se lleva a cabo a presión atmosférica y sin flujo de decapado.

50 - el alcano inferior se elige en el grupo que comprende los alcanos de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> solos o en mezcla, preferentemente el metano y/o el propano, de forma más preferida el metano.

- el alcano inferior se inyecta en el horno a razón de 0,01 a 10%, preferentemente de 0,01 a 8% y más preferentemente todavía de 0,01 a 2% en volumen del volumen total de la atmósfera gaseosa inyectada.

- 5 - el procedimiento se lleva a cabo en atmósfera de nitrógeno y la soldadura se lleva a cabo en presencia de 0,1 a 10 g/m<sup>2</sup>, preferentemente de 0,1 a 5 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente todavía de 0,1 a 3 g/m<sup>2</sup> y de forma todavía más preferente de 0,1 a 2 g/m<sup>2</sup> de un flujo de decapado, y según uno de los modos de realización, se añade entonces un adyuvante de al menos un alcano inferior a dicha atmósfera como se hizo anteriormente.

Los presentes inventores han encontrado que se pueden utilizar nuevas aleaciones obtenidas por mecano-síntesis como aleaciones de aporte en un procedimiento de soldadura de aluminio a presión atmosférica en atmósfera de nitrógeno de bajo contenido de oxígeno y vapor de agua sin adición de flujo.

- 10 Dichas aleaciones son a base de Al, Si y Ni a las que se puede añadir Mg y se obtienen por ejemplo triturando una mezcla de AlNi o de NiAl que a continuación se diluye con un polvo de AlSi o de AlSiMg ya sintetizado o con una mezcla de Al-Si o de Al-Si-Mg previamente triturada. Las tasas de dilución se eligen ventajosamente entre 0,05 y 10% en volumen de AlNi o de NiAl, preferentemente entre 0,05 y 5% y todavía más preferentemente entre 0,05 y 3% en volumen.

- 15 La síntesis se realiza por ejemplo en un molino planetario. La trituración se caracteriza por la velocidad, el tiempo de trituración y el tiempo de reposo entre las secuencias de trituración.

- 20 Sin pretender estar ligados a una teoría, los presentes inventores piensan que estas aleaciones específicas, obtenidas por mecano-síntesis, permiten durante la subida de temperatura y más particularmente justo antes de la fusión de la aleación de aporte destruir la capa de alúmina Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mediante una reacción exotérmica acompañada por una dilatación relativa a la formación de los compuestos intermetálicos entre el níquel y el aluminio.

Estas aleaciones permiten por lo tanto cumplir una doble función: la de aleación de aporte y la de decapante.

- 25 Por otra parte, los presentes inventores han demostrado que la utilización de una atmósfera extremadamente depurada según la invención permite también mejorar la soldabilidad cuando la aleación de aporte es una aleación de soldadura convencional de la serie de los "4000". Ventajosamente se utilizará una aleación de Al-Si en la que se incorpora Mg, preferentemente entre 0,4 y 1,5%.

No obstante, cuando la aleación de aporte utilizada es una aleación convencional constituida por Al y Si, es preferible llevar a cabo la soldadura utilizando un flujo de decapado a razón de 0,1 a 10 g/m<sup>2</sup>, preferentemente de 0,1 a 5 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente todavía de 0,3 a 3 g/m<sup>2</sup> y de forma todavía más preferida de 0,5 a 2 g/m<sup>2</sup>,

- 30 Los inventores han demostrado por lo tanto que las aleaciones de soldadura convencionales cargadas de magnesio (Al-Si-Mg, por ejemplo comprendiendo de 5 a 12% de Silicio y de 0 a 2% de magnesio) podían ser utilizadas también en un procedimiento de soldadura de aluminio a presión atmosférica sin flujo si la atmósfera del horno presenta un contenido de oxígeno inferior a varios ppm, y de forma preferente inferior a un ppm y que el punto de rocío en el horno es inferior a -30°C, preferentemente inferior a -40°C y más preferentemente todavía a -45°C.

El contenido de magnesio de la aleación de aporte Al-Si<sub>(x)</sub>-Mg<sub>(y)</sub> se elegirá preferentemente entre 0,2 y 2% de forma más ventajosa entre 0,5 y 1,5%.

- 40 Los presentes inventores han descubierto que también era posible, en una instalación industrial de tratamiento térmico, disminuir el contenido de oxígeno de la atmósfera hasta valores inferiores a un ppm (varias centenas de ppb) a una temperatura que no sobrepasa los 620°C.

Esto se realiza inyectando directamente en la atmósfera (N<sub>2</sub>) del horno de 0,01 a 10%, preferentemente de 0,01 a 8% y más preferentemente 0,01 y 2% en volumen de al menos un alcano inferior.

- 45 La inyección puede ser continua o puntual y se realiza durante el ciclo de soldadura, preferentemente durante una etapa previa a la fase de soldadura, durante un mantenimiento a temperatura, realizado preferentemente entre 400 y 600°C y de forma más preferente entre 500 y 600°C.

Sin pretender estar ligados a una teoría, los presentes inventores piensan que la inyección de un alcano inferior en el intervalo de temperatura anteriormente citado (300-620°C) ocasiona por disociación del alcano una disminución del contenido de oxígeno de la atmósfera. Ésta se acompaña entonces de una subida del punto de rocío y del contenido de CO y CO<sub>2</sub> de la atmósfera.

- 50 Haciendo preferentemente esta reacción de disociación en las paredes del horno, que probablemente desempeñan aquí el papel de catalizador, conduce a la formación de un depósito de carbono que a continuación, sigue siendo activo incluso después de volver a la temperatura ambiente.

En la presente invención, se designa por alcanos inferiores a los alcanos de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, tales como el metano, etano, i-propano, propano, butano, isobutano y terc-butano. Más particularmente se preferirá utilizar el metano o el propano, y de forma todavía más preferida el metano.

5 Esta adición de alcano inferior permite la reducción del contenido de oxígeno de la atmósfera hasta valores inferiores a un ppm (por ejemplo algunas centenas de ppb).

La utilización combinada de atmósferas de bajo punto de rocío y bajo contenido de oxígeno, específicas de esta invención y de aleación de aporte de AlSiNi o de AlSiMgNi elaboradas por mecano-síntesis tal como se ha descrito anteriormente permite realizar ensamblajes soldados a presión atmosférica sin flujo.

10 La soldadura a presión atmosférica se lleva a cabo en una atmósfera tal que el contenido de oxígeno en el horno sea inferior a algunos ppm y de forma preferente a un ppm y que el punto de rocío en el horno sea inferior a -30°C, preferentemente inferior a -40°C y más preferentemente todavía a -45°C.

15 La soldadura se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de horno que oscila entre la temperatura ambiente y 620°C, con una atmósfera que se elabora bien entre 300 y 620°C cuando la inyección se realiza en el transcurso del ciclo de soldadura, o bien a una temperatura de 400 - 600 °C cuando la inyección se realiza durante una etapa previa.

20 Esta atmósfera de bajo contenido de oxígeno y bajo punto de rocío se realiza principalmente según la invención mediante la inyección en el horno de al menos un alcano inferior, preferentemente el metano o el propano. Esta inyección se hace según uno de los modos de realización anteriormente citados y preferentemente durante un tratamiento previo efectuado entre 400 y 600°C, preferentemente entre 500 y 600°C y de forma ventajosa a 600°C. La inyección puede ser continua o discontinua.

El aporte de alcano inferior se hace previamente a razón de 0,01 a 10%, preferentemente de 0,01 a 8% y más preferentemente todavía de 0,01 a 2% en volumen de la atmósfera global.

25 Tal como se ha dicho anteriormente, la utilización de la atmósfera específica de la presente invención permite también mejorar la soldabilidad cuando la aleación de aporte es una aleación de soldadura convencional de la serie "4000". Ventajosamente se utilizará una aleación de Al-Si a la que se incorpora Mg, preferentemente entre 0,4 y 1,5%.

Cuando la aleación de aporte utilizada es una aleación convencional formada por Al y Si, es preferible llevar a cabo la soldadura utilizando un flujo de decapado a razón de 0,1 a 10 g/m<sup>2</sup>, preferentemente de 0,1 a 5 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente todavía de 0,3 a 3 g/m<sup>2</sup> y de forma todavía más preferida de 0,5 a 2 g/m<sup>2</sup>.

30 En la presente invención, se entiende por flujo de decapado la noción tradicional de un agente capaz de eliminar la capa de alúmina presente en la superficie de las piezas que se van a ensamblar a temperaturas inferiores a la temperatura de fusión de la aleación de aporte. Este flujo puede elegirse entre los flujos conocidos a base de fluoruro de potasio, de cesio y de litio.

35 Esta adición de flujo no se recomienda cuando la aleación de aporte utilizada contiene magnesio. Disminuye la soldabilidad e incluso hace la soldabilidad imposible.

También es posible para las aleaciones de aporte de Al-Si añadir a la superficie de la aleación una capa de níquel de varios micrones de espesor. Esto se puede hacer, bien por depósito electrolítico, o bien por pulverización catódica (P.V.D.) o por cualquier otro medio para revestir una pieza metálica.

40 Ahora se va a exponer la invención de forma más detallada por medio de ejemplos prácticos, ilustrados con los dibujos anexos, entre los cuales:

- La Figura 1 es una vista de sección de un elemento de condensador para automóvil listo para ser ensamblado según el procedimiento según la invención;

45 - La Figura 2 a, b es un gráfico que muestra la evolución del potencial de la sonda de oxígeno y del punto de rocío durante el ciclo de subida de temperatura en atmósfera de nitrógeno (el eje X es común para las Figuras 2a y 2b). A 600°C, el punto de rocío alcanza -36,7°C y el potencial de la sonda de oxígeno es de 232 mV correspondiente a un contenido de oxígeno elevado. Estos resultados se van a comparar con los obtenidos en atmósfera de nitrógeno a la que se ha añadido CH<sub>4</sub> (Figuras 3a y 3b).

50 - La Figura 3 a, b es un gráfico que muestra la evolución del potencial de la sonda de oxígeno y del punto de rocío durante un ciclo de subida de temperatura en atmósfera de nitrógeno a la que se ha añadido 4% en volumen de CH<sub>4</sub> (el eje X es común para las Figuras 3a y 3b). A 600°C, el punto de rocío alcanza -38°C y el potencial de la sonda de oxígeno 1.225 mV correspondiente a un contenido de oxígeno inferior a un ppm. Comparando estos resultados con los obtenidos en atmósfera de nitrógeno (Figuras 2a y 2b), se constata que la inyección de CH<sub>4</sub> permite reducir de forma significativa el contenido de O<sub>2</sub> en la atmósfera de soldadura.

- La Figura 4 es una foto a tamaño real de la superficie soldada; la aleación de aporte utilizada es una aleación de Al-Si-Ni al 2% de (Ni-Al) obtenida por mecano-síntesis soldada sin flujo en atmósfera de nitrógeno de bajo punto de rocío (-38°C) y bajo contenido de oxígeno. Conviene prestar atención a la buena mojadura obtenida sin aporte de flujo.

5 La atmósfera se ha elaborado durante una etapa previa a la soldadura por inyección discontinua de CH<sub>4</sub> (1% en volumen) en el recinto del horno a una temperatura de 600°C.

- La Figura 5 es una foto a tamaño real de la superficie soldada; la aleación de aporte utilizada es una aleación de soldadura convencional de AlSi soldada sin flujo en atmósfera de nitrógeno de bajo punto de rocío (-38°C) y bajo contenido de oxígeno. Conviene prestar atención a la formación de una unión soldada sin adición de flujo.

10 La atmósfera se ha elaborado durante una etapa previa a la soldadura por inyección discontinua de CH<sub>4</sub> (1% en volumen) en el recinto del horno a una temperatura de 600°C.

- La Figura 6 a, b es una foto a tamaño real de la superficie soldada; la aleación de aporte utilizada es una aleación de Al-Si-Ni al 2% de (Ni-Al) obtenida por mecano-síntesis soldada sin flujo en atmósfera de nitrógeno de bajo punto de rocío (-45°C) y bajo contenido de oxígeno (contenido de O<sub>2</sub> < 1 ppm). Conviene prestar atención a la buena mojadura obtenida sin adición de flujo.

15

**Ejemplos:**

En los ejemplos siguientes, se han utilizado los siguientes métodos de medida:

Punto de rocío: medidas realizadas mediante modelo capacitivo MMY 24 (General Eastern); escala de medida: +20°C -100°C.

20 Presión parcial de oxígeno: medidas realizadas mediante una sonda de oxígeno de diámetro 19 mm y de longitud 560 cm.

La correspondencia entre el potencial de sonda y la presión parcial de O<sub>2</sub> se hace mediante la ecuación siguiente:  $P(O_2) = 0,2095 \cdot 10^{(-E/0,0496T)}$ , donde P(O<sub>2</sub>) es la presión parcial del oxígeno expresada en atm, E es el potencial medido con la sonda de oxígeno en mV y T es la temperatura expresada en grados Kelvin.

25 A modo de ejemplo, la Tabla 1 muestra la correspondencia entre el valor del potencial de la sonda y el contenido de oxígeno medido en la atmósfera de soldadura.

T (°C)	E (mV)	P(O2) (atm)	P(O2) (Pa)
600	200	5,0·10 <sup>-06</sup>	5,1·10 <sup>-01</sup>
600	300	2,5·10 <sup>-08</sup>	2,5·10 <sup>-03</sup>
600	400	1,2·10 <sup>-10</sup>	1,2·10 <sup>-05</sup>
600	500	6,0·10 <sup>-13</sup>	6,0·10 <sup>-08</sup>
600	600	2,9·10 <sup>-15</sup>	3,0·10 <sup>-10</sup>
600	700	1,4·10 <sup>-17</sup>	1,5·10 <sup>-12</sup>
600	800	7,1·10 <sup>-20</sup>	7,2·10 <sup>-15</sup>
600	900	3,5·10 <sup>-22</sup>	3,5·10 <sup>-17</sup>
600	1.000	1,7·10 <sup>-24</sup>	1,7·10 <sup>-19</sup>
600	1.100	8,4·10 <sup>-27</sup>	8,5·10 <sup>-22</sup>
600	1.200	4,1·10 <sup>-29</sup>	4,2·10 <sup>-24</sup>
600	1.225	1,1·10 <sup>-29</sup>	1,1·10 <sup>-24</sup>
600	1.300	2,0·10 <sup>-31</sup>	2,0·10 <sup>-26</sup>

Tabla 1

Ejemplo 1: Preparación de la aleación de AlSi-NiAl por mecano-síntesis.

30 En un molino planetario se ha triturado una mezcla de 50% atómico de polvo de Al y de polvo de Ni. La mezcla de NiAl se tamiza a continuación entre 63 y 125 micrones antes de diluirse a alrededor de 2% o 5% en volumen en un polvo de Al-Si a 12% en peso de silicio previamente calibrado.

Se ha preparado así una aleación de Al-Si-NiAl al 1% en volumen de NiAl, una aleación de Al-Si-NiAl al 2% en volumen de NiAl y una aleación de Al-Si-NiAl al 5% en volumen de NiAl que se ha utilizado en los ensayos descritos a continuación.

Ejemplo 2: Preparación de las probetas de soldadura

- 5 Los diferentes elementos que componen las probetas de soldadura (Figura 1) se han decapado de forma mecánica con papel SiC 320 y a continuación se han desengrasado en fase vapor. La aleación de aporte 2 se ha depositado a continuación en la superficie de una plancha de 3003 según las modalidades descritas a continuación, recubriéndose el conjunto después con una plancha ondulada 1.

Aleación 1:

- 10 Se ha depositado un polvo de Al-Si al 12% de silicio en la superficie del sustrato. El espesor depositado aquí era de 150  $\mu\text{m}$ .

Aleación 2:

Se ha depositado una plancha chapada de 3003 revestida en sus dos caras con una aleación de Al-Si al 12% de silicio en la superficie del sustrato. El espesor del chapado utilizado era aquí de 150  $\mu\text{m}$ .

- 15 Aleación 3:

A continuación una plancha chapada de 3003 revestida en sus dos caras con una aleación de Al-Si al 12% de silicio se ha revestido con un depósito de níquel y luego se ha depositado en la superficie del sustrato. El espesor del chapado utilizado aquí era de 150  $\mu\text{m}$ . El depósito electrolítico de níquel, de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  de espesor se ha realizado sobre la cara en contacto con el fleje ondulado.

- 20 Aleación 4:

Un polvo al 2% en volumen de NiAl preparado según el ejemplo 1 se ha pulverizado en la superficie del soporte. El espesor depositado aquí era de 150  $\mu\text{m}$ .

Aleación 5:

- 25 Un polvo al 5% en volumen de NiAl preparado según el ejemplo 1 se ha depositado en la superficie del soporte. El espesor depositado aquí era de 150  $\mu\text{m}$ .

Aleación 6:

Se ha depositado una plancha chapada de 3003 revestida en sus dos caras con una aleación de Al-Si-Mg al 12% de silicio y 1% de magnesio, en la superficie del sustrato. El espesor del chapado utilizado era aquí de 150  $\mu\text{m}$ .

Aleación 7:

- 30 A continuación una plancha chapada de 3003 revestida en sus dos caras con una aleación de Al-Si-Mg al 12% de silicio y 1% de Magnesio ha sido revestida con un depósito de níquel y luego depositada en la superficie del sustrato. El espesor del chapado utilizado aquí era de 150 y 200  $\mu\text{m}$ . El depósito electrolítico de níquel, de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  de espesor se ha realizado sobre la cara en contacto con el fleje ondulado.

Aleación 8:

- 35 Un polvo al 1% en volumen de NiAl preparado según el ejemplo 1 se ha pulverizado en la superficie del soporte. El espesor depositado aquí era de 150  $\mu\text{m}$

Ejemplo 4: Influencia de la adición de  $\text{CH}_4$  sobre la presión parcial de  $\text{O}_2$  durante un ciclo de calentamiento realizado entre 350 y 620°C.

- 40 En el transcurso de un ciclo de calentamiento realizado entre 350 y 620°C en atmósfera de nitrógeno (30 l/min) se han inyectado de forma continua 4% de  $\text{CH}_4$ . La atmósfera se ha hecho en un horno de tratamiento térmico de marca SOLO de un volumen de 150 litros.

El contenido de oxígeno (representado por el potencial medido mediante una sonda de oxígeno), el punto de rocío, la concentración de  $\text{CH}_4$  y la temperatura se han medido a lo largo del tiempo. Los valores obtenidos están representados en las curvas de las Figura 3a y 3b.

- 45 Se observa en esta figura que en presencia de  $\text{CH}_4$ , a partir de 440°C, el potencial de la sonda de oxígeno aumenta (lo que corresponde a la reducción de la cantidad de oxígeno presente en el horno). A 600°C, el potencial de la sonda de oxígeno alcanza 1.225 mV (en nitrógeno adicionado de  $\text{CH}_4$  - Figura 3b) y 232 mV (en nitrógeno- Figura 2b).

Se deduce por lo tanto claramente de este ensayo que la presencia de CH<sub>4</sub> permite hacer bajar de forma estable el contenido de oxígeno de la atmósfera, y mantener un nivel muy bajo de oxígeno a la temperatura de soldadura.

5 Ejemplo 5: Soldadura en una atmósfera de nitrógeno en la que previamente se ha inyectado CH<sub>4</sub> antes de la soldadura

Se ha realizado una soldadura en un horno de tratamiento térmico en atmósfera en la que previamente se ha inyectado CH<sub>4</sub> (1%), utilizando como aleación de aporte las aleaciones 2, 4, 5, 6 y 8 tal como se han descrito en el ejemplo 2 anterior.

10 La introducción de CH<sub>4</sub> en el horno se ha realizado antes de la soldadura a una temperatura de 600°C. Estas inyecciones de una duración de 15 minutos se practican hasta que el punto de rocío se estabiliza. A continuación se enfría el horno en nitrógeno hasta 300°C, temperatura a la que se introducen las muestras. Se practica entonces un mantenimiento de temperatura de forma que el punto de rocío alcanza una temperatura próxima a -40°C. Cuando se alcanza este valor se inicia la soldadura. Ésta se realiza entonces con un barrido de nitrógeno.

Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 2 siguiente.

<b>Atmósfera N<sub>2</sub> con inyección previa de CH<sub>4</sub></b> Punto de rocío: -38°C y PO <sub>2</sub> (1.150 mV) 0 g/m <sup>2</sup> de flujo		
<b>Aleación 2</b>	(Al-Si)	Unión muy consistente
<b>Aleación 4</b>	(AlSi-NiAl 2%)	Unión muy consistente
<b>Aleación 5</b>	(AlSi-NiAl 5%)	Unión muy consistente con mucha disolución
<b>Aleación 6</b>	(AlSiMg)	Unión muy consistente
<b>Aleación 8</b>	(AlSi-NiAl 1%)	Unión mediocre

15 Tabla 2

En las figuras 4 y 5 se presentan fotografías de soldadura con las aleaciones 2 y 4 y en ausencia de flujo.

Ejemplo 5: Soldadura en una atmósfera de nitrógeno de bajo punto de rocío y bajo contenido de oxígeno.

20 Una soldadura en un horno de laboratorio en atmósfera de nitrógeno con bajo punto de rocío (-45°C) y un bajo contenido de oxígeno (O<sub>2</sub> < 1 ppm) utilizando como aleación de aporte las aleaciones 4 y 6 tal como se han descrito en el ejemplo 2 anterior. La calidad de la atmósfera se ha obtenido utilizando nitrógeno criogénico y la soldadura se ha realizado sin flujo.

Los resultados obtenidos se presentan en la figura 6 siguiente.

25 Los ejemplos presentados anteriormente muestran que el procedimiento que es objeto de la invención permite soldar a presión atmosférica y sin flujo el aluminio y sus aleaciones. Esto se lleva a cabo asociando la utilización de una aleación de aporte reactivo de Al-Si-Ni obtenida por mecano-síntesis y una atmósfera de bajo contenido de oxígeno y vapor de agua. Esta se obtiene por ejemplo inyectando de forma discontinua CH<sub>4</sub> antes del ciclo de soldadura. Esta combinación permite obtener uniones soldadas, y ello sin utilizar un flujo de decapado.

La utilización de atmósfera de bajo punto de rocío y bajo contenido de oxígeno mejora de forma significativa la calidad de la junta y hace posible la soldadura sin flujo de aleación de soldadura convencional que contenga Mg.

30 La supresión del flujo es un hecho muy positivo, dado que la aplicación de un flujo constituye un cuello de estrangulamiento del procedimiento actual y que la utilización del flujo induce problemas medioambientales (reciclado de baños, corrosión por ácido HF).

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento de soldadura de aluminio llevado a cabo en un horno a presión atmosférica utilizando una aleación de aporte obtenida por mecano-síntesis que comprende aluminio, silicio, níquel y eventualmente magnesio u otros elementos de aleación tales como cobre, zinc, plata, cromo y titanio; y caracterizándose por que se inyecta en el horno una atmósfera gaseosa que comprende un gas inerte tal como el nitrógeno gaseoso y al menos un alcano inferior, introduciéndose el alcano inferior en el horno de forma continua o discontinua, pudiendo realizarse la inyección bien antes de la soldadura o bien durante el ciclo de soldadura propiamente dicho, y por el hecho de que el contenido de oxígeno en el horno sea inferior a una ppm y que el punto de rocío en el horno sea inferior a -30°C, y preferentemente inferior a -40°C y más preferentemente todavía inferior a -45°C.
- 10 2. Procedimiento de soldadura de aluminio según la reivindicación 1 caracterizado por que dicha aleación de aporte obtenida por mecano-síntesis se obtiene mediante una mezcla de NiAl diluida en un polvo de Al-Si o de Al-Si-Mg ya sintetizada o constituida por una mezcla de aluminio y de silicio, o una mezcla de aluminio, silicio y magnesio, conteniendo la aleación final de 0,05 a 10% en volumen de NiAl, de 5 a 12% de silicio y eventualmente de 0,5 a 2% de Mg.
- 15 3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que la temperatura del horno durante el ciclo de soldadura se sitúa en la gama de 420 a 620°C, y preferentemente está próxima a 600°C.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el alcano inferior se elige en el grupo que comprende los alcanos de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> considerados solos o en mezcla, preferentemente el metano y/o el propano, de forma más preferida el metano.
- 5 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el alcano inferior se inyecta en el horno a razón de 0,01 a 10%, preferentemente de 0,01 a 8% y más preferentemente todavía de 0,01 a 2% en volumen del volumen total de la atmósfera gaseosa inyectada.
- 25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la soldadura se lleva a cabo en presencia de 0,1 a 10 g/m<sup>2</sup>, preferentemente de 0,1 a 5 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente todavía de 0,1 a 3 g/m<sup>2</sup> y de forma todavía más preferente de 0,1 a 2 g/m<sup>2</sup> de un flujo de decapado.
- 30 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que se lleva a cabo en ausencia de flujo.

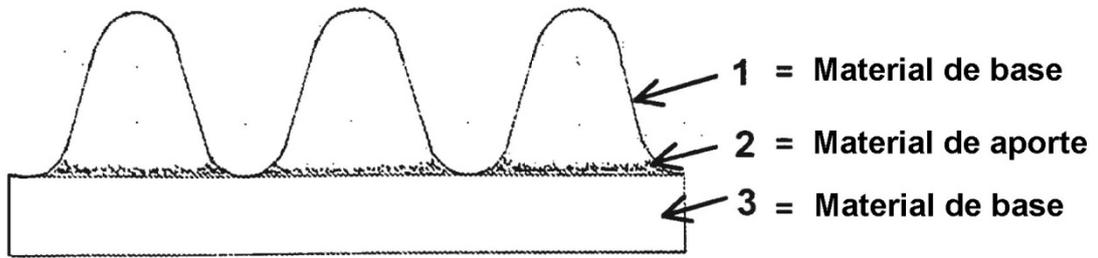


Fig. 1

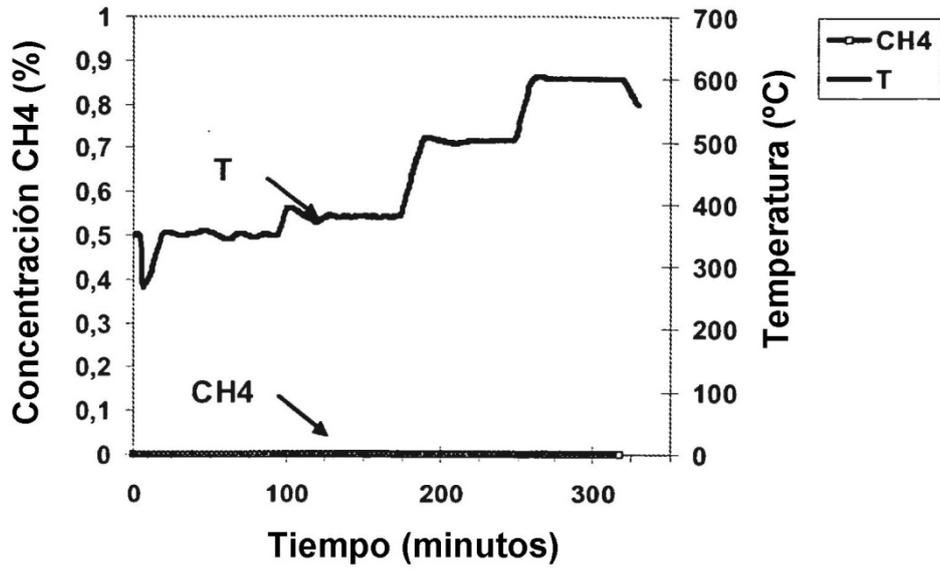


Fig 2A

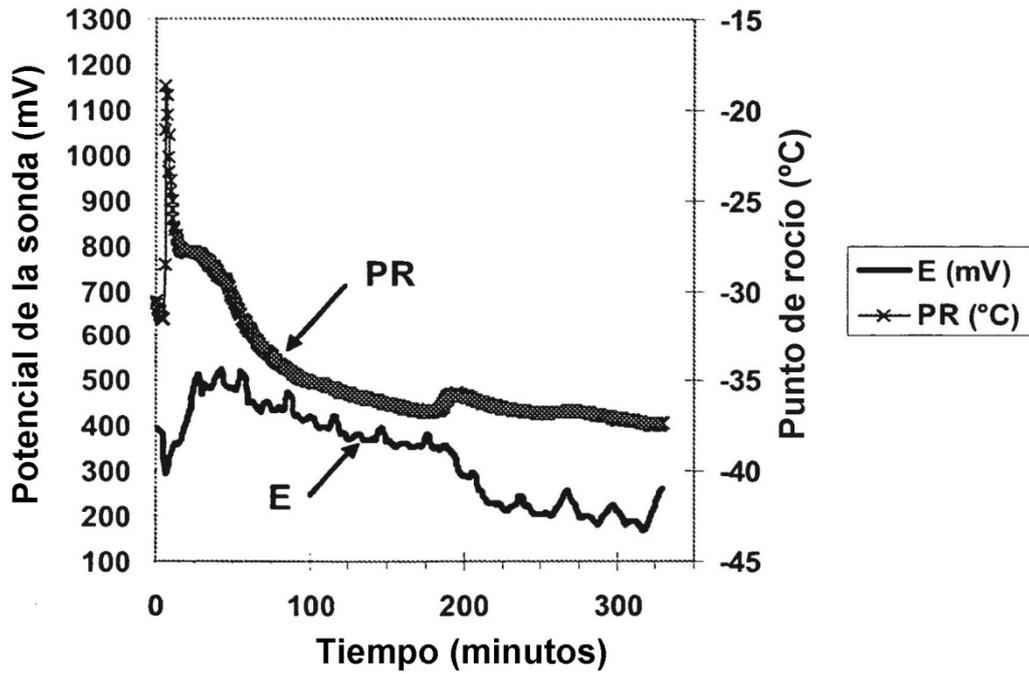


Fig 2B

Fig.2

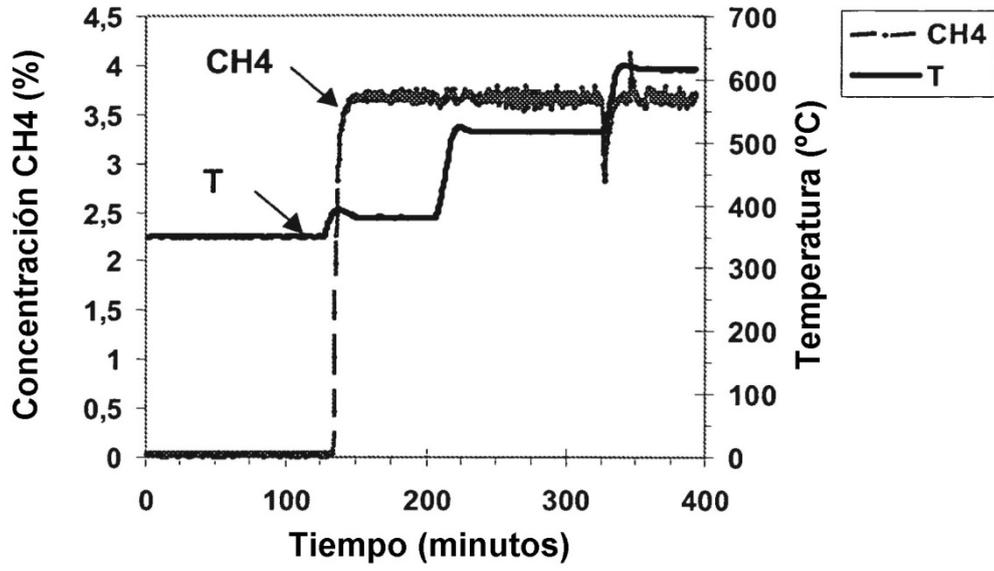


Fig 3A

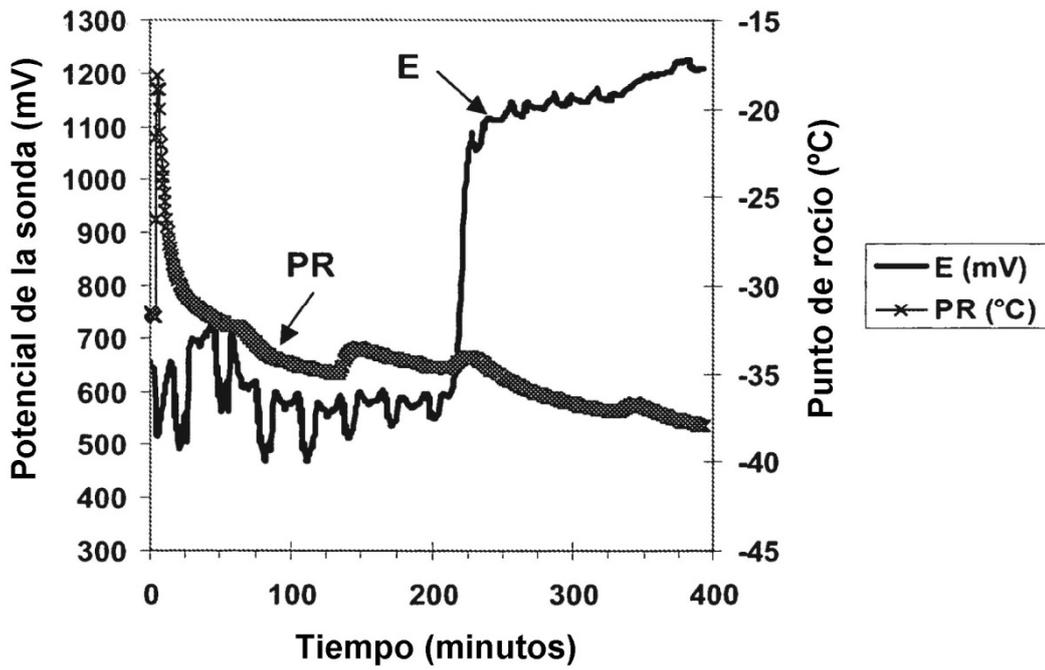
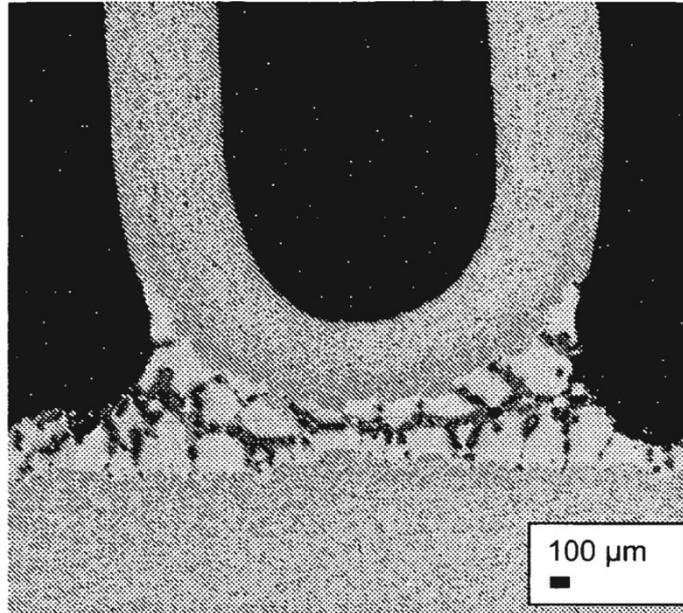


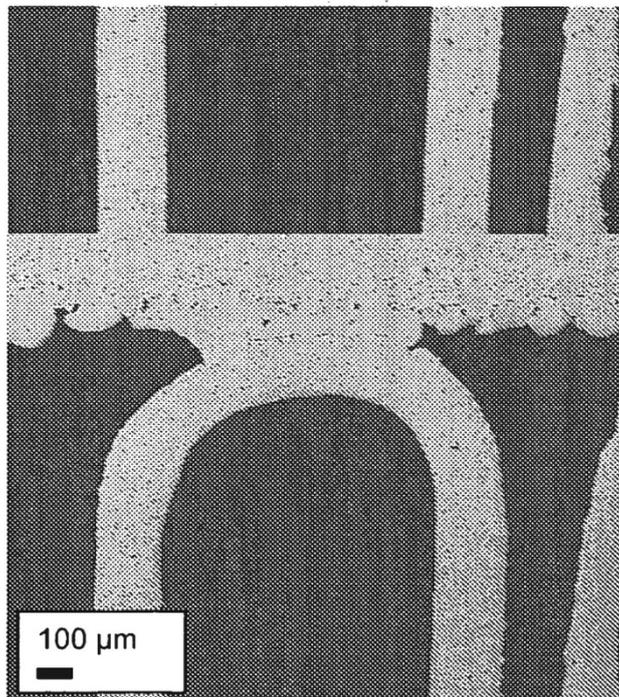
Fig 3B

Fig 3



**AISi - NiAl 2% Soldadura sin flujo**

Fig 4



**AISi Soldadura sin flujo**

Fig 5

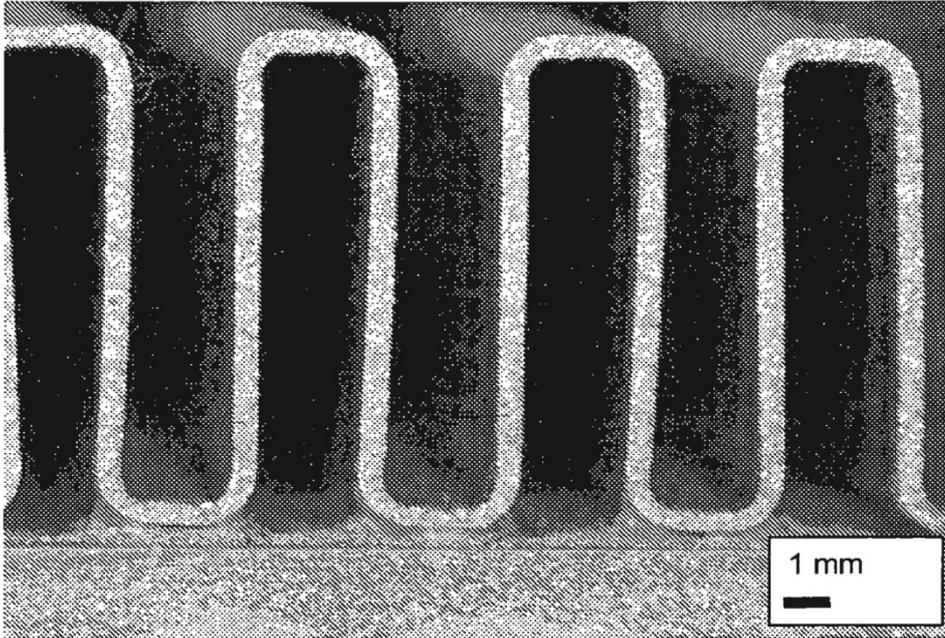
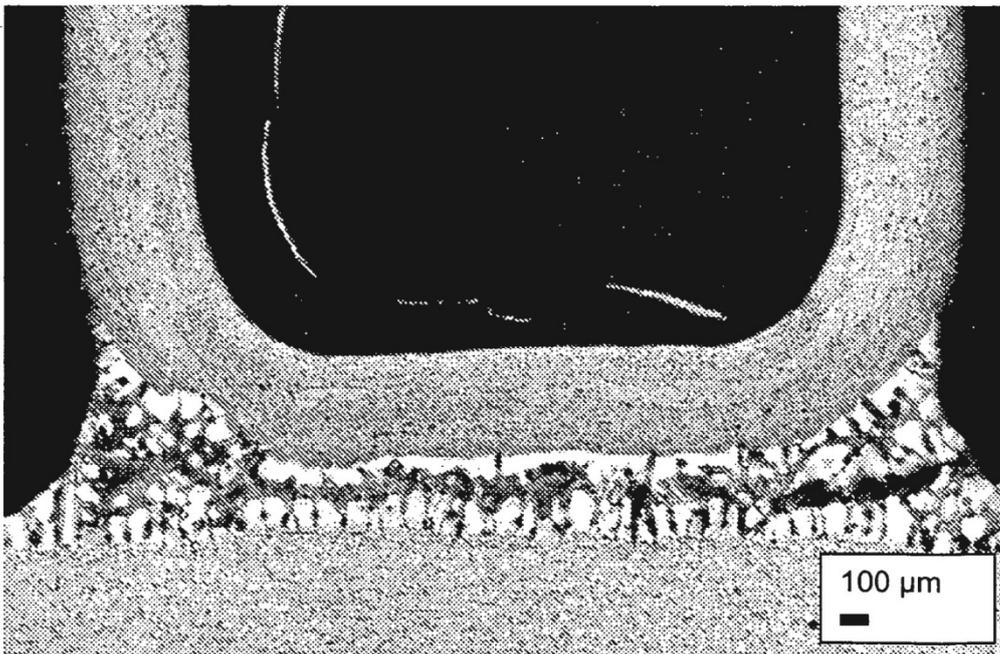


Fig. 6A



**AISi-NIAL 2% Soldadura sin flujo**

Fig. 6B

Fig 6