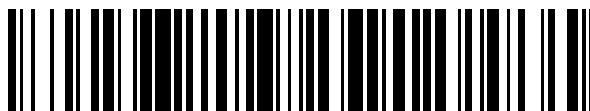


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 686 421**

51 Int. Cl.:

B22F 3/10 (2006.01)
B22F 3/16 (2006.01)
B22F 3/24 (2006.01)
C22C 1/04 (2006.01)
C22C 27/06 (2006.01)
H01H 1/02 (2006.01)
H01H 11/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.08.2011** **PCT/AT2011/000319**
87 Fecha y número de publicación internacional: **09.02.2012** **WO12016257**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.08.2011** **E 11751787 (0)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.06.2018** **EP 2600996**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia**

30 Prioridad:

03.08.2010 AT 48410 U

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.10.2018

73 Titular/es:

PLANSEE POWERTECH AG (100.0%)
Retterswill 13
5703 Seon, CH

72 Inventor/es:

KOWANDA, CLAUDIA y
MÜLLER, FRANK

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 686 421 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 para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia para un contacto de conmutación, en particular para interruptores de vacío. Se trata en este caso de la obtención de un material de Cu-Cr de alto rendimiento.

Es de conocimiento general emplear materiales de Cu-Cr como material para los contactos de conmutación, en particular, en el área de uso del principio de conmutación de vacío. El principio de conmutación de vacío ya ha resultado a nivel mundial un principio de conmutación regente en el área de la tensión media, es decir, en el intervalo de aprox. 7,2 kV a 40 kV, y también puede observarse una tendencia a un empleo con tensiones más elevadas. Tales contactos de conmutación en ese caso se usan p. ej., tanto en interruptores de potencia de tensión media al vacío, como también en contactores de vacío.

Los contactos de conmutación entre otras exigencias requieren una capacidad de conmutación elevada durante la vida útil, una elevada resistencia dieléctrica y un quemado lo más reducido posible. La meta es lograr una elevada resistencia al quemado, una buena conductividad eléctrica y térmica, una tendencia a la soldadura lo más reducida posible durante el proceso de conmutación, así como una elevada resistencia dieléctrica y una resistencia mecánica satisfactoria del contacto de conmutación.

En el documento DE 10 2006 021 772 A1 se describe un procedimiento para la producción de contactos de cobre-cromo para interruptores de vacío. Los contactos de cobre-cromo para interruptores de vacío en este caso se fabrican de manera tal que como material de partida para los contactos se produce una chapa delgada de cobre-cromo según un procedimiento de colada o rociado con posterior enfriado rápido. Durante el proceso se producen perfiles de concentración en una dirección vertical a la dirección de la cinta. Asimismo, se representó y describió un diagrama de estado del sistema Cu-Cr.

Tal como puede observarse en el diagrama de estado, en la fase sólida prácticamente no pueden mezclarse el Cu y el Cr. Solamente en un intervalo reducido inferior al eutéctico, que se encuentra a una temperatura de aprox. 1075°C, existe un intervalo, en el que está dada una baja solubilidad de Cr en solución sólida en Cu. La solubilidad máxima de Cr en Cu en solución sólida está dada en el equilibrio termodinámico con aprox. 0,7 porcentaje atómico a 1075°C. A temperaturas más bajas, desciende la solubilidad de Cr en Cu y a 400°C en el equilibrio termodinámico tan solo está dado un porcentaje atómico de 0,03 de Cr en Cu en solución sólida. Un diagrama de estado detallado del sistema Cu-Cr se representó p. ej., en el manual de M. Hansen y K. Anderko "Constitution of Binary Alloys", McGraw-Hill Book Company, Inc. (1958) en la página 524.

Del diagrama de estado resulta que en materiales de Cu-Cr con un contenido típico de 30-80% en peso de Cu y de 70-20% en peso de Cr a temperaturas por debajo del eutéctico, existen granos de Cr en una matriz de Cu. Debido a la baja solubilidad de Cr en Cu en este intervalo, puede por lo tanto estar presente una baja proporción de Cr en solución sólida en la matriz de Cu. A continuación, el concepto matriz de Cu también se emplea, cuando existe una baja proporción de Cr en solución sólida en el Cu.

Para la producción de materiales de Cu-Cr para contactos de conmutación para la técnica de conmutación de vacío se conocen procedimiento puramente pulvimetalúrgicos, procedimientos de sinterización-impregnación y también procedimientos por metalurgia de fusión.

En el documento EP0469578 A2 se describe un procedimiento para la producción de un material del contacto de Cu-Cr, según el cual se funde una aleación de cobre y cromo y se pulveriza, después de lo cual el polvo de aleación de Cu-Cr obtenido se sinteriza en una matriz de cobre.

En el documento WO2010050352 A1 se describe un procedimiento para la obtención de un material para contactos de conmutación, según el cual se mezcla polvo de aleación de Cu-Cr pulverizado con polvo de Cr y polvo de Cu, se compacta y se sinteriza.

Debido al complejo diagrama de estado del sistema Cu-Cr, no es posible llevar a cabo una fabricación directa de materiales de fusión homogéneos. Por esta razón, frecuentemente para materiales de Cu-Cr de alta calidad para contactos de conmutación de interruptores de vacío se usan lo que se denominan materiales de refusión, siendo que p. ej., una refusión puede realizarse mediante la aplicación de un láser o de un arco eléctrico.

Una fabricación puramente pulvimetalúrgica de materiales de Cu-Cr para contactos de conmutación de interruptores de vacío (en adelante también: contactos de conmutación de vacío) es de un costo mucho más favorable en comparación con una fabricación por metalurgia de fusión. Pero se ha demostrado que los materiales de Cu-Cr fabricados mediante pulvimetalurgia hasta ahora no presentan las propiedades deseadas en una medida satisfactoria.

Objeto de la presente invención es proveer un procedimiento para la fabricación por pulvimetalurgia un material de Cu-Cr para un contacto de conmutación que presente una elevada resistencia al quemado, una buena conductividad eléctrica y térmica, una tendencia a la soldadura lo más reducida posible durante el proceso de conmutación así como

una elevada resistencia dieléctrica y una resistencia mecánica satisfactoria del contacto de conmutación, como también permita una fabricación a un costo adecuado.

El objeto se cumple mediante un procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia para un contacto de conmutación de acuerdo con la reivindicación 1. En las reivindicaciones relacionadas se indican desarrollos ulteriores ventajosos.

El procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia para un contacto de conmutación, en particular para interruptores de vacío, presenta los siguientes pasos: prensado de una mezcla de polvo de Cu-Cr formada por polvo de Cu y polvo de Cr, sinterizado de la mezcla de polvo de Cu-Cr prensada para obtener el material del contacto de conmutación de Cu-Cr. La sinterización y/o un proceso de tratamiento térmico posterior se realiza con un perfil de temperaturas alternantes en el que la mezcla de polvo de Cu-Cr o bien el material de Cu-Cr se calienta al menos dos veces en forma alternada por encima de un valor límite superior de la temperatura y se enfría nuevamente al menos dos veces por debajo de un valor límite inferior de la temperatura. Todos los pasos se realizan a temperaturas en las que no se forma una fase en estado de fusión. Todo el proceso de fabricación del material de Cu-Cr, por lo tanto, se lleva a cabo de manera puramente pulvimetalúrgica a temperaturas que están por debajo de la temperatura del eutéctico (1075°C) del sistema Cu-Cr, de modo que no produce una fase en estado de fusión. El concepto "puramente pulvimetalúrgico" denomina en este caso un proceso en el que no se forma una fase en estado de fusión. Se realiza ya sea la sinterización o un proceso de tratamiento térmico posterior (o ambos) con un perfil de temperaturas alternantes. Se entiende por perfil de temperaturas alternantes que de manera alternada se produce un aumento de temperatura y una reducción de temperatura, siendo que un aumento de la temperatura y una reducción de la temperatura en cada caso se producen al menos dos veces. Preferentemente, el aumento de temperatura y la reducción de temperatura tienen lugar al menos tres veces. Se puede atravesar el perfil de temperatura alternante, p. ej., ya durante la sinterización de la pieza en bruto de Cu-Cr compactada. Pero, por ejemplo, también es posible, someter al material de Cu-Cr ya sinterizado (en forma convencional) al perfil de temperatura alternante en un proceso de tratamiento térmico realizado a continuación. El valor límite superior de la temperatura en ese caso preferentemente se puede determinar de manera tal que esté dada la mayor solubilidad posible de Cr en Cu en solución sólida. El valor límite inferior de la temperatura preferentemente puede determinarse de manera tal que esté dada una solubilidad claramente inferior de Cr en Cu en solución sólida que en el caso del valor límite superior de la temperatura.

La fabricación del material de Cu-Cr en ese caso puede realizarse p. ej., de manera tal que ya se provee el contacto de conmutación terminado en su versión final, o p. ej., también de modo tal que el contacto de conmutación recién adquiere su forma final mediante un procesamiento posterior adecuado.

Debido a una fabricación puramente pulvimetalúrgica es posible disponer del material de Cu-Cr de modo especialmente rentable. Mediante el perfil de temperaturas alternante (recocido cíclico) se logra que se formen muchos granos de Cr con tamaños de granos con una sección transversal entre 0,1 μm^2 y 50 μm^2 (medidos en la superficie pulida bajo el microscopio) en una matriz de Cu. El material de Cu-Cr formado, por lo tanto, presenta una distribución de tamaño de los granos de Cr medida en la superficie pulida bajo el microscopio que presenta un primer máximo en el intervalo de tamaños de granos con una sección transversal que oscila entre 0,1 μm^2 y 50 μm^2 . La determinación de la distribución de tamaño de granos en ese caso se realiza microscópicamente en una superficie pulida mediante la medición de las superficies de los granos de Cr respectivos. Se entiende por microscópicamente en el presente caso el uso de un microscopio óptico y un microscopio electrónico.

De esta manera se pone a disposición un material de Cu-Cr para un contacto de conmutación que se fabricó de manera muy rentable y además logra una elevada resistencia al quemado, una buena conductividad eléctrica y térmica, una baja tendencia a la soldadura durante el proceso de conmutación, así como una elevada resistencia dieléctrica y una resistencia mecánica satisfactoria del contacto de conmutación. Mediante la implementación del perfil de temperaturas alternante se logra sin inconvenientes la ventajosa distribución de tamaño de granos descrita incluso cuando se emplea como material de partida un polvo de Cr de granos relativamente gruesos (p. ej., con diámetros de partículas entre 20 μm y 200 μm).

En un proceso de fabricación puramente pulvimetalúrgica sin ser sometido al perfil de temperaturas alternante, en el que se emplean p. ej., polvo de Cu y polvo de Cr con diámetros máximos de partículas de hasta aproximadamente 200 μm , el material de Cu-Cr resultante presenta una composición estructural en la que en la superficie pulida bajo el microscopio en una matriz de Cu existen además de varios granos de Cr más pequeños, granos de Cr relativamente grandes con un diámetro de granos en el intervalo que oscila entre 100 μm y 150 μm . Entonces resulta típicamente una distribución de tamaño de granos unimodal con un máximo, p. ej., en tamaños de granos en el intervalo entre 100 μm^2 y 25000 μm^2 . De ello puede deducirse que los tamaños de partículas del polvo de Cr se mantienen esencialmente conservados en el material de Cu-Cr resultante, cuando estas no son sometidas al perfil de temperaturas alternante.

En cambio, el empleo del polvo de Cr en granos claramente más pequeños como material de partida produciría otras dificultades. El proceso de fabricación se dificultaría notoriamente. Los polvos de Cr de grano fino presentan una proporción de oxígeno claramente mayor que los polvos de granos gruesos. De esa manera se dificulta la incorporación de la fase de Cr en el material de la matriz de Cu, lo que conlleva una mayor porosidad. Además, se observó que es mayor el grado de impurezas a causa de los óxidos en fracciones de polvo de Cr de grano fino que fracciones de grano grueso. Otra dificultad en el procesamiento de polvos finos es el manipuleo para evitar la

incorporación de oxígeno durante el proceso de fabricación, así como poder asegurar una seguridad satisfactoria en el lugar de trabajo. Además, sería necesaria un mayor valor de compresión para alcanzar una densidad satisfactoria y una porosidad reducida del material o se requeriría una deformación en frío del material sinterizado. En cambio, con los pasos de procedimiento indicados pueden lograrse de modo rentable las propiedades deseadas del material de Cu-Cr utilizando instalaciones de producción convencionales.

Con el procedimiento para fabricar el material de Cu-Cr se logra una baja porosidad, una alta densidad, un grado muy bajo de impurezas, granos de Cr distribuidos en forma isotrópica homogénea en una matriz de Cu, así como una composición química homogénea estable del material de Cu-Cr. El material de Cu-Cr resultante es perfectamente adecuado para contactos de conmutación para su uso en la técnica de conmutación de vacío, como también como interruptores de potencia en el área de tensión alta y media, así como para contactores de vacío en el área de tensión baja.

De acuerdo con una conformación, el valor límite superior de la temperatura está dentro de un intervalo entre 1065°C y 1025°C y el valor límite inferior de la temperatura se ubica al menos 50°C por debajo del valor límite superior de la temperatura. El valor límite inferior de la temperatura preferentemente se ubica al menos 100°C por debajo del valor límite superior de la temperatura. En este caso, el valor límite superior de la temperatura está dentro de un intervalo de temperatura apenas por debajo de la temperatura del eutéctico (1075°C), es decir, en un intervalo, en el que puede disolverse Cr de porcentaje atómica de hasta aproximadamente 0,7 en la matriz de Cu en solución sólida. Esto equivale al área en el que está dada la solubilidad máxima de Cr en Cu en solución sólida. Por otra parte, el valor límite superior de la temperatura es suficientemente inferior a la temperatura del eutéctico, de modo que se evita de manera confiable la conformación de una fase en estado de fusión, incluso con leves oscilaciones de temperatura. El valor límite inferior de la temperatura se encuentra claramente por debajo del valor límite superior de la temperatura, es decir, en un intervalo en el que (en equilibrio térmico) puede disolverse una cantidad de Cr notoriamente menor en la matriz de Cu en solución sólida. Por lo tanto, cuando se calienta por encima del valor límite superior de la temperatura, se produce la concentración de Cr en el material de la matriz de Cu (hasta como máximo un porcentaje atómico aproximado de 0,7). Al enfriar por debajo del valor límite inferior de la temperatura (lo que equivale a un movimiento vertical en el diagrama de estado) la cantidad de Cr disuelta en solución sólida supera la solubilidad que corresponde a este valor de temperatura inferior, siendo notoriamente menor al porcentaje atómico de 0,7. Por lo tanto, se excreta Cr de la matriz de Cu y se forman granos de Cr con tamaños de granos pequeños. Al ser sometido repetidas veces al perfil de temperaturas alternante primero se incrementa la cantidad de los granos de Cr de tamaños pequeños formados.

Según una conformación, el procedimiento además presenta el paso: mezclado de polvo de Cu y polvo de Cr para obtener una mezcla de polvo de Cu y Cr. En este caso, la mezcla de polvo Cu-Cr puede ponerse a disposición de manera sencilla mediante el empleo de polvos de Cr y polvos de Cu habituales.

Según una conformación, las partículas de Cu en la mezcla de polvo Cu-Cr presentan una distribución de tamaño de partículas con un diámetro máximo de partículas < 80 µm, preferentemente < 50 µm. En este caso, durante el proceso de sinterización se permite una conformación confiable de la matriz de Cu y el material de Cu-Cr puede ser provisto de manera segura con baja porosidad y elevada densidad. El diámetro máximo de partículas en ese caso se determina mediante análisis de cribado. Para ello se usa una criba con un tamaño de malla correspondiente (p. ej., 80 µm o bien 50 µm) y solo se usan partículas que caen a través de la malla.

Según una conformación, las partículas de Cr en la mezcla de polvo Cu-Cr presentan una distribución de tamaño de partículas con un diámetro máximo de partículas de 200 µm, preferentemente <160 µm. El diámetro máximo de partículas nuevamente se determina mediante análisis de cribado con un correspondiente tamaño de malla de la criba. En este caso, el valor para el diámetro máximo de partículas es suficiente pequeño para lograr que en el material Cu-Cr no se formen granos de Cr de tamaño excesivamente grande. Por otra parte, las distintas partículas también pueden conformarse de un tamaño suficientemente grande, de modo que no existe un riesgo excesivo de impurezas causadas por los óxidos y en instalaciones de producción convencionales pueden lograrse una elevada densidad y un bajo grado de porosidad.

Según una conformación, las partículas de Cr en la mezcla de polvo Cu-Cr presentan una distribución de tamaño de partículas con un diámetro mínimo de partículas > 20 µm, preferentemente ≥ 32 µm. El diámetro mínimo de partículas nuevamente se determina mediante análisis de cribado (con un tamaño de malla de p. ej., 20 µm o bien 32 µm), aunque en este caso solo se usan las partículas que no pueden atravesar la malla. En este caso, el diámetro mínimo de partículas es suficientemente grande, de modo que no existe un riesgo excesivo de impurezas causadas por los óxidos y en instalaciones de producción convencionales pueden lograrse una elevada densidad y un bajo grado de porosidad.

Según una conformación, la mezcla de polvo Cu-Cr presenta un contenido de Cu entre 30% en peso y 80% en peso y un contenido de Cr entre 70% en peso y 20% en peso. En este caso se logra que pueden brindarse tanto una elevada resistencia al quemado y una baja tendencia a la soldadura, como también una buena conductividad eléctrica y térmica y una resistencia mecánica satisfactoria. Cuando el contenido de Cr excede el 70% en peso, esto genera un notorio desmejoramiento de la buena conductividad eléctrica y térmica. Cuando el contenido de Cr es menor que 20% en peso, no es posible lograr una resistencia al quemado y tendencia a la soldadura satisfactorias.

El contacto de conmutación de Cu-Cr fabricado mediante metalurgo de polvos presenta un contenido de Cu entre 30% en peso y 80% en peso y un contenido de Cr entre 70% en peso y 20% en peso. El contacto de conmutación de Cu-Cr presenta granos de Cr en una matriz de Cu. Una distribución de tamaño de los granos de Cr medida en la superficie pulida bajo el microscopio presenta un primer máximo en el intervalo de tamaños de granos con una superficie de sección transversal entre $0,1 \mu\text{m}^2$ y $50 \mu\text{m}^2$. El contacto de conmutación se fabricó mediante un proceso pulvimetalúrgico con polvo de Cu y polvo de Cr sin conformación de una fase en estado de fusión. Se trata por lo tanto de un contacto de conmutación de Cu-Cr fabricado puramente mediante pulvimetalurgia. El contacto de conmutación de Cu-Cr puede haberse conformado para interruptores de vacío.

Se entiende aquí por una matriz de Cu un material que se compone principalmente de Cu, pero también puede presentar una proporción reducida de Cr en solución sólida. Por lo demás, también puede haber trazas de impurezas. En la matriz de Cu se conformaron granos de Cr. La distribución del tamaño de los granos de Cr se determina en este caso de la siguiente manera: del material Cu-Cr del contacto de conmutación se prepara una superficie pulida y se analiza bajo el microscopio. En la superficie pulida se identifican los granos de Cr y se miden las superficies de las secciones transversales de los granos de Cr. La evaluación se realiza en un área de superficie suficientemente grande o bien en diferentes áreas de superficie que conforman una superficie total de tamaño suficiente, de modo que es posible revelar datos representativos de valor estadístico. La evaluación puede, p. ej., realizarse manualmente o sino también mediante la ayuda de un software adecuado. En una aplicación gráfica con la superficie de sección transversal medida en el eje x y la cantidad correspondiente determinada de granos de Cr con la superficie de sección transversal respectiva por cada superficie unitaria (p. ej., por mm^2) en el eje y (preferentemente en cada caso en representación logarítmica), puede verse la distribución de tamaños de granos. La distribución de tamaños de granos presenta un máximo en un intervalo de tamaños de granos con una superficie de sección transversal medida que oscila entre $0,1 \mu\text{m}^2$ y $50 \mu\text{m}^2$.

Con el contacto de conmutación de Cu-Cr fabricado mediante pulvimetalurgia se logran las ventajas descritas precedentemente en relación con el procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia para un contacto de conmutación. Por medio de una fabricación puramente pulvimetalúrgica se posibilita una fabricación especialmente rentable. Debido a la distribución del tamaño de granos con el máximo en el intervalo de tamaños de granos con una superficie de sección transversal entre $0,1 \mu\text{m}^2$ y $50 \mu\text{m}^2$, el contacto de conmutación de Cu-Cr presenta una gran cantidad de granos de Cr finos. Los granos de Cr finos en ese caso están distribuidos prácticamente en su totalidad en forma homogénea. De esta manera se logra una muy buena resistencia al quemado. El contacto de conmutación de Cu-Cr puede obtenerse mediante un procedimiento puramente pulvimetalúrgico en el que se realiza la sinterización o un proceso de tratamiento térmico posterior con un perfil de temperaturas alternante, en el que una mezcla de polvo de Cu y de Cr o bien el material del contacto de conmutación de Cu-Cr se calienta al menos dos veces en forma alternada por encima de un valor límite superior de la temperatura y se enfría nuevamente por debajo de un valor límite inferior de la temperatura y donde todos los pasos se realizan a temperaturas, en las que no se forma una fase en estado de fusión. La fabricación en un proceso puramente pulvimetalúrgico se evidencia en el contacto de conmutación de Cu-Cr.

Conforme un ejemplo, la distribución del tamaño de los granos de Cr presenta un segundo máximo en el intervalo de tamaños de granos con una superficie de sección transversal entre $100 \mu\text{m}^2$ y $10000 \mu\text{m}^2$. Por lo tanto, se está en presencia de una distribución de fases de Cr bimodal que presenta dos máximos, un primer máximo con tamaños de granos con una superficie de sección transversal medida que oscila entre $0,1 \mu\text{m}^2$ y $50 \mu\text{m}^2$ y un segundo máximo con tamaños de granos con una superficie de sección transversal medida entre $100 \mu\text{m}^2$ y $10000 \mu\text{m}^2$. Esta distribución del tamaño de granos resulta del proceso de fabricación puramente pulvimetalúrgico mediante el uso de polvo de Cr de grano grueso, p. ej., con diámetros de partículas entre $20 \mu\text{m}$ y $200 \mu\text{m}$.

Conforme otro ejemplo más, la cantidad de los granos de Cr correspondientes al primer máximo es mayor que la cantidad de granos de Cr que corresponden al segundo máximo, es decir, existe una mayor cantidad de granos que presentan un tamaño correspondiente al primer máximo que de granos que presentan un tamaño que corresponden al segundo máximo. En este caso, en relación con la cantidad total de granos de Cr, se está en presencia de muchos granos de Cr con superficies de sección transversal entre $0,1 \mu\text{m}^2$ y $50 \mu\text{m}^2$. Se logra una resistencia al quemado y especialmente favorable. Cuando la cantidad de granos de Cr que corresponden al primer máximo es mayor en un factor > 5 que la cantidad de granos de Cr que corresponden al segundo máximo, se está en presencia de una proporción especialmente ventajosa de granos de Cr finos con una superficie de sección transversal pequeña.

Conforme un ejemplo, el contacto de conmutación de Cu-Cr presenta una densidad relativa $> 90\%$. En este caso se brindan de modo confiable una buena conductividad eléctrica y térmica, así como una elevada resistencia mecánica. Una densidad relativamente elevada de este tipo puede lograrse con seguridad cuando se utiliza polvo de Cr y polvo de Cu de granos relativamente gruesos en instalaciones de producción convencionales. Se entiende por densidad relativa la relación entre la densidad alcanzada y la densidad que podría lograrse teóricamente para la composición. La combinación de esta densidad elevada y la elevada proporción de granos de Cr finos en la matriz de Cu puede lograrse mediante la combinación de un empleo de polvo de Cr de grano grueso (con diámetros de partículas entre $20 \mu\text{m}$ y $200 \mu\text{m}$) y la aplicación de un perfil de temperaturas alternante en el que al menos dos veces tiene lugar en forma alternada un calentamiento por encima de un valor límite superior de la temperatura y nuevamente un enfriamiento por debajo de un valor límite inferior de la temperatura.

Otras ventajas y desarrollos ulteriores del procedimiento resultan de la descripción indicada a continuación con referencia a las figuras.

La Fig. 1 muestra una distribución de tamaño de los granos de Cr en un material de Cu-Cr fabricados mediante pulvimetalurgia en estado inicial (línea continua) y después de someterlo a un perfil de temperaturas alternante (línea discontinua).

La Fig. 2 muestra una superficie pulida bajo el microscopio óptico de un material de Cu-Cr fabricado mediante pulvimetalurgia.

La Fig. 3 muestra una superficie pulida bajo el microscopio óptico de un material de Cu-Cr fabricado mediante pulvimetalurgia después de someterlo a un perfil de temperaturas alternante.

La Fig. 4 muestra en forma esquemática los pasos de un procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia para un contacto de conmutación.

A continuación, se describe con relación a las figuras 1 a 4 un procedimiento para la fabricación por pulvimetalurgia un material de Cu-Cr para un contacto de conmutación para interruptores de vacío según una primera realización.

En un primer paso -S1-, se mezcla polvo de Cu con un diámetro máximo de partículas de preferentemente como máximo 50 μm con polvo de Cr con un diámetro máximo de partículas de como máximo 200 μm (preferentemente como máximo 160 μm) y un diámetro mínimo de partículas de como mínimo 20 μm (preferentemente como mínimo 32 μm) para obtener una mezcla de polvo de Cu y Cr. Se generaron p. ej., como ejemplos de una primera mezcla de polvo de Cu-Cr con un contenido de Cr de 25% en peso y un contenido de Cu de 75% en peso y una segunda mezcla de polvo de Cu-Cr con un contenido de Cr de 43% en peso y un contenido de Cu de 57% en peso.

En un segundo paso -S2- se comprime la mezcla de polvo de Cu-Cr. Preferentemente, la mezcla de polvo de Cu-Cr se densifica mediante compresión en frío con un valor de compresión en un intervalo entre 400 MPa y 850 MPa. En un posterior paso -S3- la pieza en bruto conformada de manera tal se sinteriza en un proceso de sinterización a temperaturas en un intervalo de temperaturas claramente por debajo de la temperatura del eutéctico (es decir, claramente por debajo de 1075°C). Por lo tanto, en ninguno de los pasos -S1- a -S3- se forma una fase en estado de fusión en la mezcla de polvo de Cu-Cr o bien en la pieza en bruto comprimida. El proceso de sinterización puede realizarse, por ejemplo, a temperaturas en un intervalo de temperaturas entre 850°C y 1070°C. Las temperaturas en ese caso deben ser suficientemente altas para que el proceso de sinterización se realiza en suficiente medida y a una velocidad satisfactoria, y suficientemente baja que no se forma una fase en estado de fusión incluso con los gradientes inevitables de temperatura.

Una superficie pulida para microscopio óptico indicada a modo de ejemplo de un material de Cu-Cr fabricado mediante pulvimetalurgia después del paso -S3- se representó en la Fig. 2. En la Fig. 2 puede verse que en una matriz de Cu están incluidos granos de Cr con diferentes tamaños de granos. De un análisis más exhaustivo de la distribución de tamaño de granos en los ejemplos mencionados resultó que los tamaños de los granos de Cr esencialmente fueron equivalente a los tamaños de partículas del polvo de Cr del material de partida.

Una evaluación de la distribución del tamaño de los granos de Cr en el material de Cu-Cr obtenido de esta manera se ilustró en la Fig. 1 con una línea continua. Se preparó una superficie pulida para microscopio del material de Cu-Cr y se evaluó microscópicamente y se midió. En ese caso se analizaron 10 diferentes áreas del material de Cu-Cr, para obtener una distribución de valor estadístico. En la Fig. 1 se aplicó en el eje horizontal la superficie de sección transversal medida de los granos de Cr en μm^2 en una escala logarítmica. En el eje vertical se representó la cantidad correspondiente de granos normalizada a una superficie unitaria de 1 mm^2 , también en una representación logarítmica. Tal como puede verse en la Fig. 1, el material de Cu-Cr presenta en este estado del procedimiento una distribución monomodal del tamaño de granos con valores de tamaños en un intervalo entre aproximadamente 10 μm^2 y 25000 μm^2 . La distribución del tamaño de granos presenta en ese caso un máximo que en tamaños de granos está dentro de un intervalo $>100 \mu\text{m}^2$.

El material de Cu-Cr después es sometido a un proceso de tratamiento térmico con un perfil de temperaturas alternantes, tal como se describe a continuación. Allí, el material de Cu-Cr en forma alternada se calienta a una temperatura por encima de un valor límite superior de la temperatura y se enfría a una temperatura por debajo de un valor límite inferior de la temperatura. En ese caso, el calentamiento y enfriado alternado se realizan al menos dos veces. También en estos pasos del proceso se tiene cuidado que no se forme una fase en estado de fusión, es decir, el material de Cu-Cr es mantenido a temperaturas por debajo de la temperatura del eutéctico (1075°C) del sistema Cu-Cr. A continuación, esto se describe en mayor detalle.

En un paso -S4-, el material de Cu-Cr es calentado a una temperatura por encima del valor límite superior de la temperatura. El valor límite superior de la temperatura en ese caso preferentemente es un valor relativamente próximo por debajo de la temperatura del eutéctico del sistema Cu-Cr, de modo que el material de Cu-Cr se lleva a una temperatura apenas por debajo de la temperatura del eutéctico, aunque hasta un valor suficientemente alejado de la temperatura del eutéctico, para evitar de modo confiable la formación de una fase líquida. El valor límite superior de la temperatura por lo tanto preferentemente se incluye en un intervalo entre 1025°C y 1065°C.

A continuación, en un paso -S5- se enfría el material de Cu-Cr a una temperatura por debajo de un valor límite inferior de la temperatura. El valor límite inferior de la temperatura en ese caso preferentemente se incluye en un intervalo que se encuentra al menos 50°C por debajo del valor límite superior de la temperatura, de manera más preferente en un intervalo de más de 100°C por debajo del valor límite superior de la temperatura. El valor límite inferior de la temperatura en ese caso se ubica preferentemente como máximo 250°C por debajo del valor límite superior de la temperatura, de modo más preferente como máximo 180°C por debajo del valor límite superior de la temperatura. El valor límite inferior de la temperatura debería determinarse de manera tal que a este valor está dada una solubilidad claramente menor de Cr en solución sólida en Cu que al valor límite superior de la temperatura. La razón de esta elección se explicará aún en mayor detalle. El material de Cu-Cr, por ejemplo, puede ser enfriado a temperaturas en el intervalo de aprox. 850°C. Se recomienda fijar el valor límite inferior de la temperatura no demasiado bajo a fin de garantizar una medida suficiente de procesos de difusión en el material Cu-Cr. Dicho material de Cu-Cr en cada caso se mantiene durante un cierto tiempo en el nivel superior de temperatura y en el nivel inferior de temperatura.

A continuación, se repite el paso -S4-, es decir, el material de Cu-Cr se calienta nuevamente a una temperatura por encima del valor límite superior de la temperatura. Después de ello, se repite el paso -S5-, es decir, el material de Cu-Cr se enfría nuevamente a una temperatura por debajo del valor límite inferior de la temperatura. Los pasos -S4- y -S5- en total se repiten n-veces, pero en total al menos dos veces, preferentemente como mínimo tres veces. Pudo verse que al realizar 2 veces hasta aprox. 6 veces ($2 < n < 6$) los pasos -S4- y -S5- se logra una mejora del material de Cu-Cr y con una mayor cantidad de repeticiones no es esperable una mejora ulterior. El material de Cu-Cr, por lo tanto, es sometido a un recocido cíclico. Al menos los pasos -S4- y -S5- se realizan en un horno con atmósfera de protección en reducción y/o en un horno de vacío, a fin de evitar una oxidación no deseada con oxígeno. Después de ello, se finaliza el proceso de producción.

En la Fig. 3 se muestra una superficie pulida bajo el microscopio óptico de un material de Cu-Cr obtenido mediante pulvimetalurgia después de haber sido sometido el perfil de temperaturas antes descrito. En la Fig. 3 puede verse que después de realizado el recocido cíclico, ha aumentado considerablemente la proporción de granos de Cr con una superficie de corte transversal reducida en comparación con el estado previo al recocido cíclico (cf. la Fig. 2). De un análisis más exacto del tamaño de los granos de Cr resulta que se produjo una distribución bimodal de tamaño de granos que presenta dos máximos.

En la Fig. 1 se representó como línea discontinua la distribución de tamaño de granos determinada después de ser sometido al perfil de temperaturas alternante. La distribución del tamaño de granos se determinó de la misma manera que la ya descrita precedentemente en relación con la línea continua de la Fig. 1. Puede verse que después del recocido cíclico, en lugar de la distribución de tamaño de granos monomodal (línea continua) que existía antes, se está en presencia de una distribución de tamaño de granos bimodal. La distribución de tamaño de granos presenta un primer máximo en un intervalo de tamaños de granos con una superficie de sección transversal entre 0,1 μm^2 y 50 μm^2 . Además, la distribución de tamaño de granos presenta un segundo máximo en el intervalo de tamaños de granos con una superficie de sección transversal entre 100 μm^2 y 10000 μm^2 . La cantidad de granos de Cr que corresponden al primer máximo es mayor que la cantidad de granos de Cr que equivalen al segundo máximo. La cantidad de granos de Cr del primer máximo es mayor en un factor > 5 que la cantidad de los granos de Cr que corresponden al segundo máximo. Además, se está en presencia de una distribución muy homogénea de los granos de Cr en la matriz de Cu. La proporción de granos de Cr con una superficie de sección transversal $< 10 \mu\text{m}^2$ medida en la superficie pulida bajo el microscopio por lo tanto es muy elevada. Mediante el tratamiento térmico con el perfil de temperaturas alternante en consecuencia se logra una modificación a una gran proporción de excreciones de granos de Cr muy pequeñas finamente distribuidas en la matriz de Cu.

Con los materiales de partida descritos que presentan un tamaño de partículas relativamente grueso del polvo de Cr y mediante un procedimiento puramente pulvimetalúrgico en instalaciones convencionales de producción, es posible obtener materiales de Cu-Cr muy densos con baja porosidad, los que además presenta una baja proporción de impurezas. La producción puramente pulvimetalúrgica resulta evidente en el material Cu-Cr. Debido a los granos de Cr finamente distribuidos, el material de Cu-Cr producido de manera puramente pulvimetalúrgica presenta una elevada resistencia al quemado, una alta resistencia dieléctrica y una suficiente resistencia mecánica del contacto de conmutación.

La conformación de los granos de Cr finamente distribuidos en la matriz de Cu puede explicarse de la siguiente manera en vista al diagrama de estado representado, p. ej., en el documento DE 10 2006 021 772 A1 mencionado al principio: a temperaturas por encima del valor límite superior de la temperatura en un intervalo próximo inferior a la temperatura del eutéctica pueden disolverse hasta aproximadamente un porcentaje atómico de 0,7 de Cr en solución sólida en el material de la matriz de Cu (en equilibrio termodinámico). Al enfriarse el material de Cu-Cr a una temperatura por debajo del nivel límite inferior de la temperatura, el material se lleva a una temperatura a la que en el equilibrio termodinámico solo puede disolverse una proporción mucho menor de Cr en solución sólida en el material de la matriz de Cu. Al enfriarse por lo tanto se excreta Cr del material de la matriz de Cu y esta excreción se produce en forma de granos pequeños. Cuando después de nuevo se eleva la temperatura por encima del valor límite superior de la temperatura, nuevamente ingresa Cr en solución sólida en el material de la matriz de Cu. Cuando se reduce nuevamente la temperatura por debajo del valor límite inferior de la temperatura, debido a la menor solubilidad en solución sólida nuevamente se produce la excreción de Cr, lo que genera granos finos de Cr. De este modo se forma la distribución bimodal del tamaño de granos ya descrita de los granos de Cr.

Quedó demostrado que para una conformación satisfactoria de granos finos de Cr se debe exceder al menos dos veces el valor límite superior de la temperatura y asimismo no alcanzar al menos dos veces el valor límite inferior de la temperatura. Aunque a partir de una cantidad determinada de repeticiones en el recocido cíclico ya no se puede observar una mejora de la estructura. La variación de la temperatura en el nivel de temperatura alto y bajo durante el recocido cíclico debería fijarse lo suficientemente lento, de modo que durante el enfriado se excrete de modo confiable el Cr de la matriz de Cu, pero por otra parte tampoco excesivamente lenta, para que debido al engrosamiento de los granos no se formen nuevamente granos de Cr más grandes.

También se realizaron ensayos con mezclas de polvo de Cu y Cr con otras relaciones entre Cr y Cu los que también produjeron resultados comparables. También los ensayos con un contenido de Cr de 70% en peso y un contenido de Cu de 30% en peso produjeron un resultado comparativo en relación a las finas excreciones de Cr.

Aunque se ha descrito que el tratamiento con los perfiles de temperatura alternantes recién se realiza después del paso -S3- de la sinterización en el material Cu-Cr, también es posible p. ej., realizar ya el proceso de sinterización propiamente dicho con un perfil de temperaturas alternantes. En este caso, ya se somete repetidamente a la pieza en bruto de Cu-Cr prensada durante el proceso de sinterización a los pasos -S4- y -S5-. En este caso se obvia el paso separado -S3- y la sinterización se efectúa durante los pasos -S4- y -S5-.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de un material de Cu-Cr por pulvimetalurgia para un contacto de conmutación, en particular para interruptores de vacío, que comprende las etapas de:

(S2) prensar una mezcla de polvo de Cu-Cr formada por polvo de Cu y polvo de Cr,

5 (S3) sinterizar la mezcla de polvo de Cu-Cr prensada para obtener el material del contacto de conmutación de Cu-Cr,

caracterizado por que la sinterización y/o un proceso de tratamiento térmico posterior se realiza con un perfil de temperaturas alternantes, en el que la mezcla de polvo Cu-Cr o bien el material de Cu-Cr es calentado al menos dos veces en forma alternada por encima de un valor límite superior de la temperatura (S4) y es enfriado nuevamente por debajo de un valor límite inferior de la temperatura (S5) y donde todos los pasos se realizan a temperaturas, en las

10 que no se forma una fase en estado de fusión.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el valor límite superior de la temperatura se incluye en un intervalo entre 1065°C y 1025°C y el valor límite inferior de la temperatura se encuentra al menos 50°C por debajo del valor límite superior de la temperatura, preferentemente al menos 100°C por debajo del valor límite superior de la temperatura.

15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el procedimiento además presenta la etapa: (S1) mezclar polvo de Cu y polvo de Cr para obtener una mezcla de polvo de Cu y Cr.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que las partículas de Cu en la mezcla de polvo Cu-Cr tienen una distribución de tamaño de partículas con un diámetro máximo de partículas $\leq 80 \mu\text{m}$, preferentemente $\leq 50 \mu\text{m}$.

20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que las partículas de Cr en la mezcla de polvo Cu-Cr tienen una distribución de tamaño de partículas con un diámetro máximo de partículas de $\leq 200 \mu\text{m}$, preferentemente de $\leq 160 \mu\text{m}$.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que las partículas de Cr en la mezcla de polvo Cu-Cr tienen una distribución de tamaño de partículas con un diámetro mínimo de partículas $\geq 20 \mu\text{m}$, preferentemente $\geq 32 \mu\text{m}$.

25 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la mezcla de polvo Cu-Cr presenta un contenido de Cu entre 30% en peso y 80% en peso y un contenido de Cr entre 70% en peso y 20% en peso.

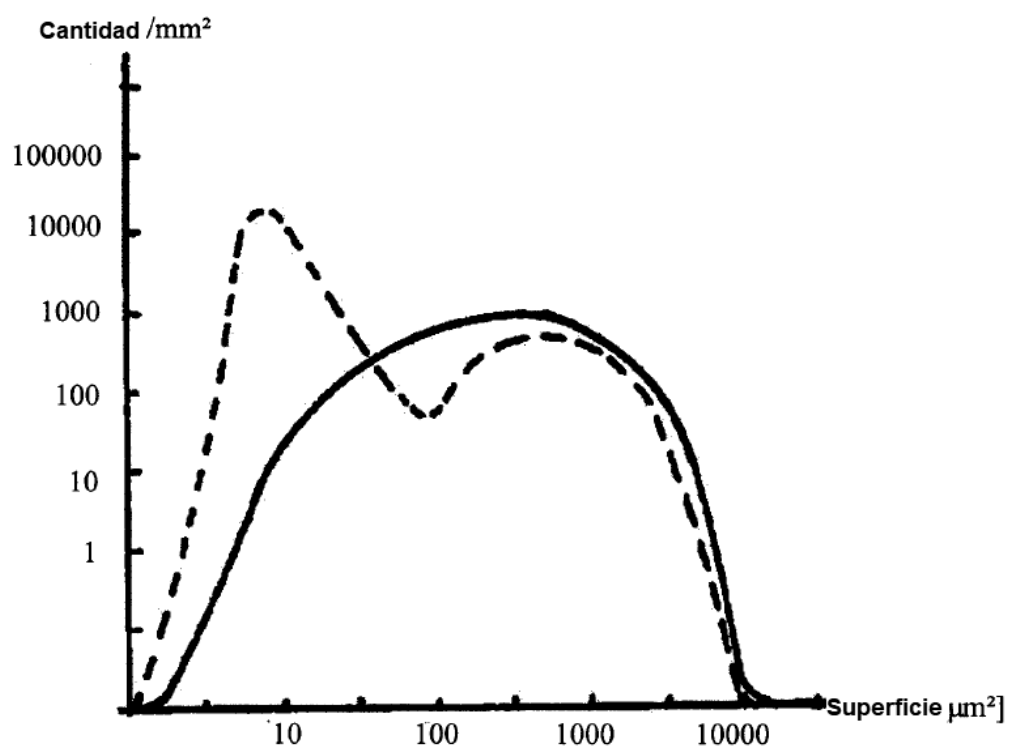


Fig. 1

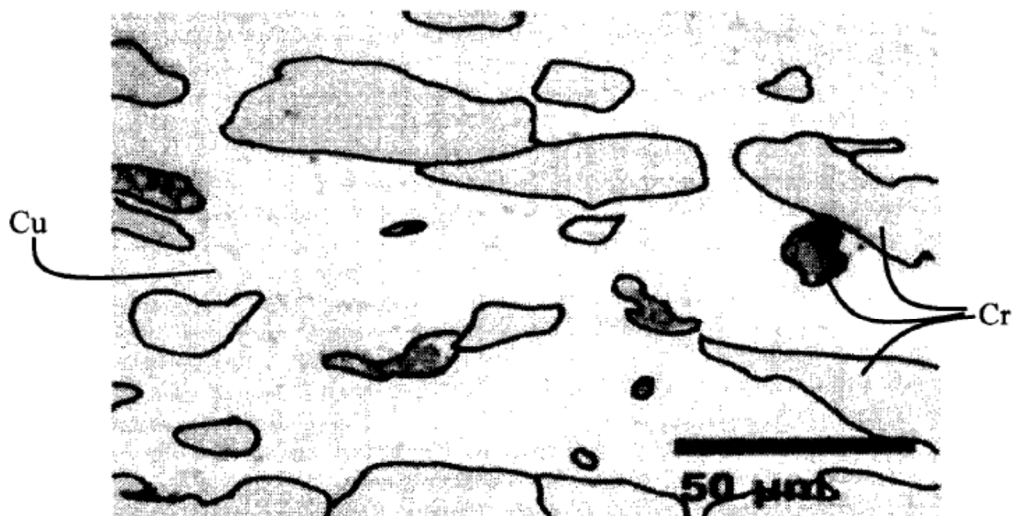


Fig. 2

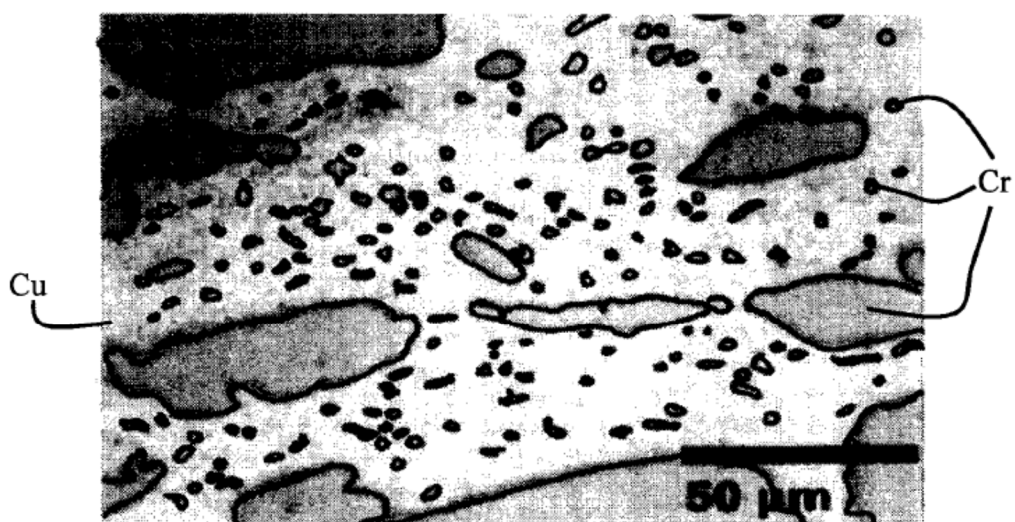


Fig. 3

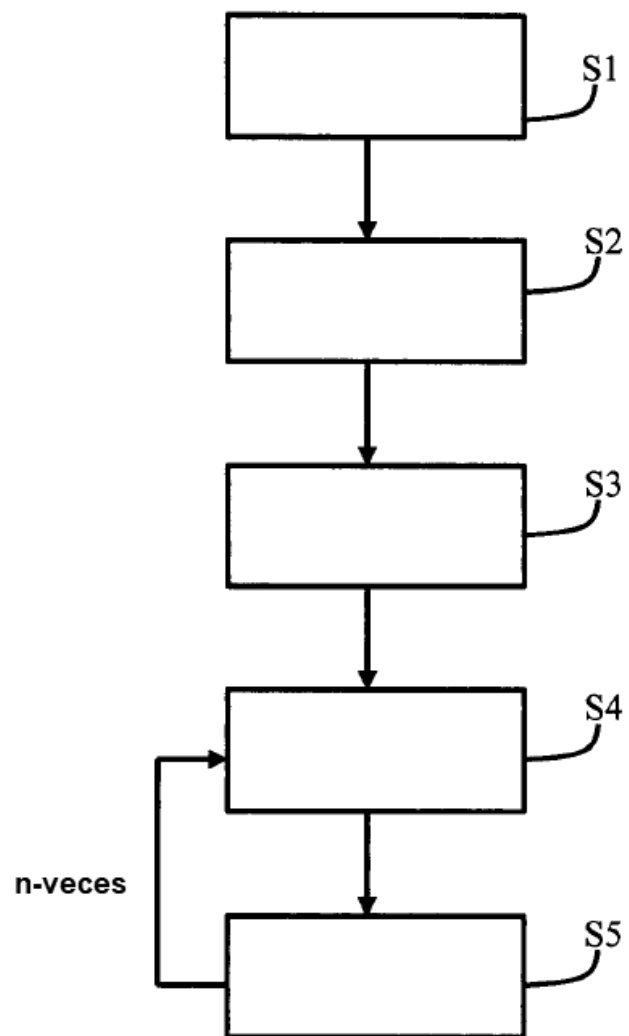


Fig. 4