

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 697 748**

51 Int. Cl.:

C22F 1/08 (2006.01)

C22C 9/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.03.2014 PCT/US2014/024448**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.09.2014 WO14150880**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.03.2014 E 14769727 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2018 EP 2971214**

54 Título: **Procedimiento para producir un tamaño de grano uniforme en una aleación espinal trabada en caliente**

30 Prioridad:

15.03.2013 US 201361793690 P

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

28.01.2019

73 Titular/es:

**MATERION CORPORATION (100.0%)
6070 Parkland Blvd.
Mayfield Heights, OH 44124, US**

72 Inventor/es:

LONGENBERGER, EDWARD

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 697 748 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 producir un tamaño de grano uniforme en una aleación espinodal trabajada en caliente

5 La presente divulgación se refiere a procedimientos para la producción de aleaciones espinodales de Cu-Ni-Sn trabajadas en caliente de un tamaño de grano uniforme. En general, el procedimiento se puede utilizar para la creación de aleaciones espinodales de un tamaño de grano uniforme sin someterse a una etapa de
10 homogeneización y sin fisuración. En lugar de una etapa de homogeneización, las aleaciones metálicas en bruto de colada se someten a etapas de tratamiento térmico particulares para producir aleaciones espinodales de tamaño de grano uniforme.

Los procedimientos para la creación de aleaciones metálicas de un tamaño de grano uniforme incluyen habitualmente una etapa de homogeneización en combinación con otros tratamientos térmicos y/o etapas de trabajo en frío. La homogeneización es un término genérico que se utiliza, en general, para describir un tratamiento térmico
15 diseñado para corregir deficiencias microscópicas en la distribución de elementos de soluto y la modificación de las estructuras intermetálicas presentes en las interfases. Un resultado aceptable del procedimiento de homogeneización es que la distribución elemental de un metal en bruto de colada se vuelve más uniforme. Otro resultado incluye la formación de grandes partículas intermetálicas que se forman durante la colada y pueden fracturarse y extraerse durante el calentamiento.

Los procedimientos de homogeneización normalmente son necesarios antes de realizar la laminación en frío u otros procedimientos de trabajo en caliente a efectos de convertir un metal en una forma más útil y/o para mejorar las propiedades finales del producto laminado. La homogeneización se lleva a cabo para equilibrar los gradientes de concentración microscópicas. La homogeneización se lleva a cabo normalmente mediante el calentamiento de la
20 pieza colada a una temperatura elevada (por encima de una temperatura de transición, habitualmente cerca de su punto de fusión) durante varias horas hasta varios días, sin realizar trabajo mecánico sobre la pieza colada, y, a continuación, se vuelve a enfriar hasta temperatura ambiente.

La necesidad de la etapa de homogeneización es el resultado de las deficiencias de la microestructura que se encuentran en el producto colado resultante de las primeras etapas o de las etapas finales de la solidificación. Entre dichas deficiencias se incluyen un tamaño de grano no uniforme y la segregación química. Las fisuras después de la solidificación son causadas por tensiones macroscópicas que se desarrollan durante la colada, que causan fisuras que se forman en una forma transgranular antes de completar la solidificación. Las fisuras antes de la solidificación también son causadas por tensiones macroscópicas que se desarrollan durante la colada.
30

Los procedimientos convencionales de producción de un tamaño de grano uniforme tienen limitaciones reconocidas. Principalmente, en general, requieren una etapa de homogeneización, que puede causar tensiones macroscópicas no necesarias que promueven la fisuración. El documento EP 2 241 643 A1 da a conocer una lámina de aleación de Cu-Ni-Sn-P que tiene una composición de Ni: del 0,1 al 3,0% en masa, Sn: del 0,01 al 3,0% en masa, P: del 0,01 al 0,3% en masa y el resto que comprende cobre y una impureza inevitable, que se produce para contener grupos atómicos específicos que contienen, como mínimo, cualquiera de un átomo de Ni o un átomo de P mediante el incremento de la proporción de reducción en el laminado en frío final y mediante el acortamiento intencional del tiempo para el laminado y el tiempo necesario antes del recocido final a baja temperatura.
40

45 Sería deseable dar a conocer procedimientos para la generación de aleaciones espinodales de un tamaño de grano uniforme sin realizar una etapa de homogeneización. Dichos procedimientos serían ventajosos, ya que disminuyen la posibilidad de que se produzcan tensiones macroscópicas y fisuración en aleaciones espinodales.

BREVE DESCRIPCIÓN

50 La presente divulgación se refiere a procedimientos para la conversión de una aleación espinodal en bruto de colada en un producto forjado de un tamaño de grano uniforme. En general, no se necesita ninguna etapa de homogeneización. De manera general, se calienta una pieza colada de la aleación, a continuación, se trabaja en caliente, a continuación, se enfría al aire hasta temperatura ambiente. Se repite este calentamiento-trabajo en caliente-enfriamiento al aire. La pieza de trabajo resultante tiene un tamaño de grano uniforme. Se descubrió inesperadamente que una aleación con un alto contenido de soluto no requiere un tratamiento de homogeneización térmica separado y que el trabajo mecánico a una temperatura inferior antes del trabajo mecánico a una temperatura superior da lugar a una estructura de grano uniforme.
55

60 En diversas realizaciones del presente documento se dan a conocer procedimientos para la producción de un artículo que comprende, en secuencia: calentar una pieza colada hasta una primera temperatura de 593°C (1.100°F) a 760°C (1.400°F) durante un primer periodo de tiempo de 10 horas a 14 horas, estando fabricada la pieza colada de una aleación espinodal; llevar a cabo un primer trabajo de reducción de la pieza colada en caliente; enfriar con aire la pieza colada hasta una primera temperatura ambiente; calentar la pieza colada hasta una segunda temperatura, como mínimo, de 871°C (1.600°F) durante un segundo periodo de tiempo; exponer la pieza colada a una tercera temperatura durante un tercer período de tiempo; en el que la tercera temperatura es, como mínimo, 10°C (50°F)
65

superior a la segunda temperatura, y el tercer periodo de tiempo es de 2 horas a 6 horas, o en el que la tercera temperatura es, como mínimo, 10°C (50°F) inferior a la segunda temperatura, y el tercer periodo de tiempo es de 2 horas a 6 horas, y la pieza colada se enfría en el horno desde la segunda temperatura disminuyendo hacia la tercera temperatura; llevar a cabo un segundo trabajo de reducción en caliente de la pieza colada; y enfriar con aire la pieza colada hasta una temperatura ambiente final para producir el artículo, en el que el procedimiento no incluye una etapa de homogeneización. En otras palabras, no se necesita ninguna etapa de homogeneización.

La segunda temperatura puede ser de 871°C (1.600°F) a 982°C (1.800°F). El segundo período de tiempo puede ser de 12 horas a 48 horas.

La tercera temperatura puede ser de 871°C (1.600°F) a 954°C (1.750°F). El tercer período de tiempo puede ser de 4 horas.

La primera temperatura ambiente y la segunda temperatura ambiente son, en general, la temperatura del local, es decir, 23°C-25°C.

La aleación espinodal en bruto de colada es una aleación de cobre-níquel-estaño. La aleación de cobre-níquel-estaño puede comprender del 8% en peso al 20% en peso de níquel y del 5% en peso al 11% en peso de estaño, siendo el resto cobre. En realizaciones más particulares, la aleación espinodal en bruto de colada de cobre-níquel-estaño comprende del 8% en peso al 10% en peso de níquel y del 5% en peso al 8% en peso de estaño.

El primer trabajo de reducción en caliente puede reducir el área de la pieza colada, como mínimo, en un 30%. Del mismo modo, el segundo trabajo de reducción en caliente puede reducir el área de la pieza colada, como mínimo, en un 30%.

La primera temperatura puede ser de 649°C (1.200°F) a 732°C (1.350°F). La segunda temperatura puede ser de 899°C (1.650°F) a 954°C (1.750°F).

En realizaciones particulares, el primer periodo de tiempo es de 12 horas; y la primera temperatura es de 732°C (1.350°F). En otras realizaciones, el segundo periodo de tiempo es de 24 horas; y la segunda temperatura es de 927°C (1.700°F).

También se da a conocer un procedimiento (-S100-), tal como se ha descrito anteriormente, para la producción de una aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme, que comprende: calentar una aleación espinodal en bruto de colada entre 704°C (1.300°F) y 760°C (1.400°F) durante aproximadamente 12 horas y, a continuación, reducir la aleación trabajando en caliente; enfriar con aire la aleación espinodal; calentar la aleación espinodal hasta 927°C (1.700°F) durante un período de tiempo de 12 horas a 48 horas; calentar la aleación espinodal hasta 954°C (1.750°F) durante 4 horas; realizar un trabajo de reducción en caliente; y enfriar con aire la aleación espinodal para producir la aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme.

También se da a conocer un procedimiento (-S200-), tal como se ha descrito anteriormente, para la producción de una aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme, que comprende: calentar una aleación espinodal después de la colada entre 704°C (1.300°F) y 760°C (1.400°F) durante aproximadamente 12 horas y, a continuación, reducir la aleación trabajando en caliente; enfriar con aire la aleación espinodal; calentar la aleación espinodal hasta 927°C (1.700°F) durante un período de tiempo de 12 horas a 48 horas; enfriar la aleación espinodal en un horno hasta 871°C (1.600°F) y calentar durante 4 horas; realizar un trabajo de reducción en caliente; y enfriar con aire la aleación espinodal para producir la aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme.

Éstas y otras características no limitativas de la presente divulgación se detallan en profundidad a continuación

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

A continuación, se proporciona una breve descripción de los dibujos, que se presentan con el propósito de ilustrar las realizaciones de ejemplo dadas a conocer en el presente documento y no con el propósito de limitarlas.

La **figura 1** es un diagrama de flujo para un primer procedimiento de ejemplo de producción de una aleación espinodal trabajada en caliente de un tamaño de grano uniforme.

La **figura 2** es un diagrama de flujo para un segundo procedimiento de ejemplo de producción de una aleación espinodal trabajada en caliente de un tamaño de grano uniforme.

La **figura 3** es un diagrama de flujo de datos experimentales que indican que más de la mitad de los cilindros de la aleación espinodal de Cu-Ni-Sn se fisuran cuando se someten a enfriamiento con aire o enfriamiento en un horno a 1.750°F bajo compresión después de realizar una homogeneización en los cilindros.

La **figura 4** es un gráfico de datos que muestra un procedimiento convencional de (1) una etapa de homogeneización a 927°C (1.700°F) durante 3 días, (2) recalentamiento a 649°C (1.200°F) durante 1 día y, a continuación, trabajo en caliente, y (3) un segundo recalentamiento a 954°C (1.750°F) durante 1 día y un segundo

trabajo en caliente, en el que las tres etapas van seguidas por el temple al agua.

La **figura 5** es un gráfico de datos que muestra un procedimiento modificado que incluye las mismas etapas (1-3), tal como se utilizan en la **figura 4**, pero utilizando enfriamiento con aire después de cada etapa en lugar del temple al agua.

5 La **figura 6** es un gráfico de datos que muestra un procedimiento de ejemplo para formar aleaciones espinodales de un tamaño de grano uniforme. No está presente ninguna etapa de homogeneización en este procedimiento de ejemplo.

10 La **figura 7** es un gráfico de datos que muestra un segundo procedimiento de ejemplo para la formación de aleaciones espinodales de un tamaño de grano uniforme utilizando una temperatura más baja durante el segundo trabajo en caliente.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

15 Se puede obtener una comprensión más completa de los componentes, procedimientos y aparatos dados a conocer en el presente documento por referencia a los dibujos adjuntos. Estas figuras son simplemente representaciones esquemáticas basadas en la comodidad y la facilidad de demostrar la presente divulgación y, por lo tanto, no pretenden indicar el tamaño y las dimensiones relativas de los dispositivos o componentes de los mismos y/o definir o limitar el alcance de las realizaciones de ejemplo.

20 Aunque, con fines de claridad, se utilizan términos específicos en la siguiente descripción, estos términos pretenden referirse sólo a la estructura particular de las realizaciones seleccionadas para la ilustración en los dibujos y no pretenden definir o limitar el alcance de la divulgación. En los dibujos y la siguiente descripción a continuación, debe entenderse que las mismas designaciones numéricas se refieren a componentes con funciones similares.

25 Debe entenderse que los valores numéricos en la memoria y las reivindicaciones de esta solicitud incluyen valores numéricos que son los mismos cuando se reducen al mismo número de cifras significativas y valores numéricos que difieren del valor indicado en menos del error experimental de la técnica de medición convencional del tipo descrito en la presente solicitud para determinar el valor.

30 Todos los intervalos dados a conocer en el presente documento incluyen el valor extremo citado y son independientemente combinables (por ejemplo, el intervalo de "de 2 gramos a 10 gramos" incluye los valores extremos, 2 gramos y 10 gramos, y todos los valores intermedios).

35 Un valor modificado por un término o términos, tales como "sustancialmente", puede no estar limitado al valor exacto especificado. El lenguaje de aproximación puede corresponder con la precisión de un instrumento para medir el valor.

40 Tal como se utiliza en el presente documento, la expresión "aleación espinodal" se refiere a una aleación cuya composición química es tal que es capaz de experimentar descomposición espinodal. La expresión "aleación espinodal" se refiere a la química de la aleación, no al estado físico. Por lo tanto, una "aleación espinodal" puede haber experimentado o no descomposición espinodal y puede estar o no en el proceso de experimentar descomposición espinodal.

45 El envejecimiento/descomposición espinodal es un mecanismo mediante el cual pueden separarse múltiples componentes en regiones distintas o microestructuras con diferentes composiciones químicas y propiedades físicas. En particular, los cristales con una composición básica en la región central de un diagrama de fases se someten a una exsolución.

50 Entre las etapas de procesamiento convencionales para aleaciones espinodal se incluyen homogeneización y trabajo en caliente a temperaturas elevadas. Estos procedimientos comienzan a altas temperaturas y en cascada disminuyen a temperaturas más bajas a medida que se procesa el material. Las microestructuras heterogéneas son resultantes, en general, de estos procedimientos. En general, se desean microestructuras uniformes, ya que esto indica propiedades uniformes en toda la aleación. La obtención de microestructuras uniformes puede ser difícil en aleaciones espinodales que pueden tener presentes múltiples fases. La presente divulgación se refiere a procedimientos para la conversión de una aleación espinodal en bruto de colada en un producto forjado de un tamaño de grano uniforme.

60 Con referencia a la **figura 1**, un procedimiento de ejemplo (**-S100-**) de producción de la aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme mediante trabajo en caliente, según una primera realización, comienza en **-S101-**. En **-S102-**, se proporciona una aleación espinodal en bruto de colada. En **-S104-**, la aleación espinodal en bruto de colada se calienta hasta una primera temperatura entre 704°C (1.300°F) y 760°C (1.400°F) durante aproximadamente 12 horas y, a continuación, se trabaja en caliente. En **-S106-**, la aleación espinodal se enfría con aire. En **-S108-**, la aleación espinodal se calienta una segunda vez hasta una segunda temperatura de 927°C (1.700°F) durante un segundo período de tiempo. En **-S110-**, la aleación espinodal se calienta hasta una tercera temperatura más alta de 954°C (1.750°F) durante aproximadamente 4 horas. En **-S112-**, se realiza un segundo trabajo de reducción en caliente. En **-S114-**, la aleación espinodal se enfría con aire. Se forma una aleación

espinodal con un tamaño de grano uniforme sin fisuras y sin realizar la homogeneización.

Con referencia a la **figura 2**, otro procedimiento de ejemplo (**-S200-**) de producción de la aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme mediante trabajo en caliente, según una segunda realización, comienza en **-S201-**. En **-S202-**, se proporciona una aleación espinodal en bruto de colada. En **-S204-**, la aleación espinodal en bruto de colada se calienta hasta una temperatura entre 704°C (1.300°F) y 760°C (1.400°F) durante aproximadamente 12 horas y, a continuación, se trabaja en caliente. En **-S206-**, la aleación espinodal se enfría con aire. En **-S208-**, la aleación espinodal se calienta una segunda vez hasta una segunda temperatura de 927°C (1.700°F) durante un segundo período de tiempo. En **-S210-**, la aleación espinodal se enfría hasta una tercera temperatura de 871°C (1.600°F) durante aproximadamente 4 horas. En **-S212-**, se realiza un segundo trabajo de reducción en caliente. En **-S214-**, la aleación espinodal se enfría con aire. Se forma una aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme sin fisuras y sin realizar la homogeneización.

De manera más general, los procedimientos ilustrados en la figura 1 y la figura 2 se refieren a la producción de un artículo o aleación que tiene un tamaño de grano uniforme. Se realiza la colada de una aleación espinodal (**-S102-**, **-S202-**). La pieza colada se calienta hasta una primera temperatura de 593°C (1.100°F) a 760°C (1.400°F) durante un primer periodo de tiempo de 10 horas a 14 horas (**-S104-**, **-S204-**). Se realiza un primer trabajo de reducción en caliente de la pieza colada (**-S104-**, **-S204-**). A continuación, la pieza colada se enfría con aire hasta una primera temperatura ambiente (**-S106-**, **-S206-**). A continuación, la pieza colada se calienta hasta una segunda temperatura, como mínimo, de 871°C (1.600°F) durante un segundo periodo de tiempo (**-S108-**, **-S208-**). A continuación, la pieza colada se expone a una tercera temperatura durante un tercer periodo de tiempo (**-S110-**, **-S210-**). Esta tercera temperatura puede ser mayor o menor que la segunda temperatura. Se realiza un segundo trabajo de reducción en caliente de la pieza colada (**-S112-**, **-S212-**) y la pieza colada se enfría con aire hasta una temperatura ambiente final para producir el artículo (**-S114-**, **-S214-**).

En realizaciones similares a la de la **figura 1**, la tercera temperatura es menos de 10°C (50°F) mayor que la segunda temperatura, y el tercer período de tiempo es de 2 horas a 6 horas.

En realizaciones similares a la de la **figura 2**, la tercera temperatura es menos de 10°C (50°F) menor que la segunda temperatura, y el tercer período de tiempo es de 2 horas a 6 horas, y la pieza colada se enfría con aire desde la segunda temperatura hasta la tercera temperatura.

Cabe indicar que las temperaturas a las que se hace referencia en el presente documento son la temperatura de la atmósfera a la que se expone la aleación, o a la que se ajusta el horno; la aleación en sí no llega necesariamente a estas temperaturas.

Tal como se ha descrito anteriormente, se utiliza el enfriamiento con aire para las etapas de enfriamiento de los procedimientos descritos en el presente documento. A este respecto, el enfriamiento de la aleación/pieza colada se puede realizar mediante tres procedimientos diferentes: temple al agua, enfriamiento en un horno y enfriamiento con aire. En el temple al agua, la pieza colada se sumerge en el agua. Este tipo de enfriamiento cambia rápidamente la temperatura de la pieza colada y, en general, da lugar a una sola fase. En el enfriamiento en el horno, el horno se apaga con la pieza colada en el interior del horno. Como resultado, la pieza colada se enfría a la misma velocidad que el aire en el horno. En el enfriamiento con aire, la pieza colada se extrae del horno y se expone a temperatura ambiente. Si se desea, el enfriamiento con aire puede ser activo, es decir, se sopla aire ambiente hacia la pieza colada. La pieza colada se enfría a una velocidad mayor con enfriamiento con aire en comparación con el enfriamiento en el horno.

Los trabajos de reducción en caliente realizados en la pieza colada, en general, reducen el área de la pieza colada, como mínimo, en un 30%. El grado de reducción se puede determinar midiendo el cambio en el área de sección transversal de la aleación antes y después de trabajo en caliente, según la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de HW} = 100 * [A_0 - A_f] / A_0$$

en la que A_0 es el área de sección transversal inicial u original antes de trabajo en caliente y A_f es el área de la sección transversal final después del trabajo en caliente. Cabe indicar que el cambio en el área de la sección transversal normalmente es debido únicamente a los cambios en el grosor de la aleación, de manera que el % de HW también se puede calcular utilizando también el grosor inicial y final.

La aleación de cobre es una aleación espinodal. Las aleaciones espinodales, en la mayoría de los casos, presentan una anomalía en su diagrama de fases llamada una zona de miscibilidad. Dentro del intervalo de temperaturas relativamente estrecho de la zona de miscibilidad, tiene lugar un ordenamiento atómico dentro de la estructura de red cristalina existente. La estructura de dos fases resultante es estable a temperaturas significativamente por debajo de la zona.

Las aleaciones de cobre tienen una conductividad eléctrica y térmica muy elevada en comparación con aleaciones ferrosas, de níquel y titanio de alto rendimiento convencionales. Las aleaciones de cobre convencionales rara vez se

utilizan en aplicaciones exigentes que requieren un alto grado de dureza. Sin embargo, las aleaciones espinodales de cobre-níquel-estaño combinan una alta dureza y una conductividad en condiciones de colado y forjado endurecidas.

5 Además, la conductividad térmica es de tres a cinco veces la de las aleaciones ferrosas convencionales (acero para herramientas), lo cual aumenta la velocidad de eliminación de calor, a la vez que se promueve la reducción de la distorsión mediante la disipación de calor de manera más uniforme. Además, las aleaciones espinodales de cobre muestran una maquinabilidad superior a durezas similares.

10 La aleación de cobre del artículo incluye níquel y estaño. En algunas realizaciones, la aleación de cobre contiene del 8% en peso al 20% en peso de níquel y del 5% en peso al 11% en peso de estaño, incluyendo del 13% en peso al 17% en peso de níquel y del 7% en peso al 9% en peso de estaño, siendo el resto cobre. En realizaciones específicas, la aleación incluye el 15% en peso de níquel y el 8% en peso de estaño. En otras realizaciones, la aleación contiene el 9% en peso de níquel y el 6% en peso de estaño.

15 Las aleaciones espinodales ternarias de cobre-níquel-estaño muestran una combinación beneficiosa de propiedades, tales como alta resistencia, excelentes características tribológicas y alta resistencia a la corrosión en agua de mar y entornos ácidos. Puede haber un aumento en el límite de elasticidad del metal de base resultante de la descomposición espinodal en las aleaciones de cobre-estaño-níquel.

20 De manera opcional, la aleación incluye, además, berilio, níquel y/o cobalto. En algunas realizaciones, la aleación de cobre contiene del 1% en peso al 5% en peso de berilio y la suma de cobalto y níquel puede estar en el intervalo del 0,7% en peso al 6% en peso. En realizaciones específicas, la aleación incluye el 2% en peso de berilio y el 0,3% en peso de cobalto y níquel. Otras realizaciones de aleaciones de cobre pueden contener un intervalo de berilio entre el 5% en peso y el 7% en peso.

25 Las aleaciones de la presente divulgación contienen, de manera opcional, pequeñas cantidades de aditivos (por ejemplo, hierro, magnesio, manganeso, molibdeno, niobio, tántalo, vanadio, circonio, silicio, cromo y cualquier mezcla de dos o más elementos de los mismos). Los aditivos pueden estar presentes en cantidades de hasta el 5% en peso, incluyendo hasta el 1% en peso y hasta el 0,5% en peso.

30 En algunas realizaciones, la preparación del artículo de aleación en bruto de colada inicial incluye la adición de magnesio. El magnesio se puede añadir a efectos de reducir el contenido de oxígeno. El magnesio puede reaccionar con oxígeno para formar óxido de magnesio, el cual se puede eliminar de la masa de aleación.

35 Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar las aleaciones, artículos y procedimientos de la presente divulgación. Los ejemplos son meramente ilustrativos y no pretenden limitar la divulgación a los materiales, condiciones o parámetros de procedimiento establecidos en la misma.

40 **Ejemplos**

La **figura 3** es un diagrama que describe algunos experimentos realizados en cilindros de aleaciones espinodales de Cu-Ni-Sn. Todas las aleaciones espinodales de Cu-Ni-Sn utilizadas fueron de aproximadamente el 8-10% en peso de níquel, el 5-8% en peso de estaño y el resto cobre. En esta figura se investigaron los procedimientos de enfriamiento.

45 Tal como se describe en la parte superior derecha, algunos cilindros se homogeneizaron a 927°C (1.700°F) durante tres días, a continuación, se enfriaron con aire hasta temperatura ambiente, se recalentaron a 732°C (1.350°F) durante la noche, se comprimieron, se recalentaron a 954°C (1.750°F) durante la noche y se comprimieron. Tal como se describe en la parte inferior izquierda, algunos cilindros se homogeneizaron a 927°C (1.700°F) durante tres días, a continuación, se enfriaron en un horno hasta 732°C (1.350°F), se recalentaron a 732°C (1.350°F) durante la noche, se comprimieron, se recalentaron a 957°C (1.750°F) durante la noche y se comprimieron.

50 En ambos casos, más de la mitad de los cilindros se fisuraron cuando se comprimieron a 957°C (1.750°F). Sin embargo, ambos tipos de enfriamiento produjeron tamaños de grano uniformes entre 40 micrómetros (µm) y 60 (µm), tal como se observa en la parte superior izquierda.

55 La **figura 4** es un gráfico de datos que muestra un procedimiento tradicional de realización de (1) una etapa de homogeneización a 927°C (1.700°F) durante 3 días, (2) un primer recalentamiento a 649°C (1.200°F) durante 1 día, seguido de trabajo en caliente y (3) un segundo recalentamiento a 954°C (1.750°F) durante 1 día, seguido de un segundo trabajo en caliente. Después de cada etapa (1-3), se realizó un WQ (temple al agua). El gráfico incluye imágenes que ilustran la microestructura después de las diferentes etapas. Al comparar los resultados de la **figura 3** con la **figura 4**, se observó que la microestructura de la pieza colada utilizando enfriamiento con aire después de la homogeneización era similar a la microestructura en bruto de colada.

60 La **figura 5** es un gráfico de datos que muestra un procedimiento modificado similar a la **figura 4**, pero utilizando

enfriamiento con aire después de cada etapa en lugar del temple al agua. Si bien los datos de la microestructura después de la primera etapa de homogeneización (927°C (1.700°F/3 días) son bastante diferentes de los que se obtienen en la **figura 4**, las microestructuras finales fueron similares.

5 Como resultado, se descubrieron los procedimientos de la presente divulgación. La **figura 6** es un gráfico de datos que muestra un primer procedimiento de ejemplo para formar aleaciones espinodales con un tamaño de grano uniforme. El material en bruto de colada se calentó hasta 732°C (1.350°F) durante aproximadamente 12 horas (se muestra la microestructura en este punto), se trabajó en caliente y, a continuación, se enfrió con aire. Se muestran
10 dos microestructuras para el producto intermedio enfriado con aire (se muestra en la leyenda después del enfriamiento con aire en la primera curva). El material de aleación espinodal se calienta, a continuación, una segunda vez a 927°C (1.700°F) durante un período de tiempo (se muestra la microestructura), por ejemplo, como mínimo, 16 horas y, a continuación, hasta 954°C (1.750°F) durante 4 horas (se muestra la microestructura), seguido de un segundo trabajo de reducción en caliente y enfriamiento con aire (se muestra la microestructura). Este procedimiento produjo un tamaño de grano uniforme, similar al tamaño de grano de 40-60 µm que se muestra en la
15 **figura 3**, sin fisuras y sin una etapa de homogeneización.

Con referencia a la **figura 7**, el gráfico de datos muestra un segundo procedimiento de ejemplo modificado para la formación de aleaciones espinodales de un tamaño de grano uniforme utilizando una segunda etapa en caliente a inferior temperatura. El material de entrada de este procedimiento es material de aleación espinodal en bruto de colada. La aleación se calentó hasta 732°C (1.350°F) durante 12 horas (se muestra la microestructura en este punto), se trabajó en caliente y se enfrió con aire (se muestra la microestructura). A continuación, se calentó de nuevo el material hasta 927°C (1.700°F) durante 24 horas (se muestra la microestructura no uniforme), a continuación, se enfrió en el horno hasta 871°C (1.600°F) y se mantuvo durante cuatro horas (se muestra la microestructura), se trabajó en caliente (se muestra la microestructura) y, a continuación, se enfrió con aire (se muestra la microestructura). Esto también produjo una microestructura uniforme sin fisuración y sin una etapa de
20 homogeneización. La microestructura final indica un tamaño de grano incluso más fino.

La presente divulgación se ha descrito con referencia a realizaciones de ejemplo. Obviamente, se pueden idear modificaciones y alteraciones después de leer y comprender la descripción detallada precedente. Se pretende que la
30 presente divulgación se interprete como que incluye todas estas modificaciones y alteraciones en la medida en que estén dentro del alcance de las reivindicaciones que de adjuntan.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un artículo (S100, S200) que comprende, en secuencia:

- 5 calentar una pieza colada hasta una primera temperatura de 593°C (1.100°F) a 760°C (1.400°F) durante un primer periodo de tiempo de 10 horas a 14 horas (S104, 204), estando la pieza colada formada de una aleación espinodal, en el que la aleación espinodal en bruto de colada es una aleación de cobre-níquel-estaño; realizar un primer trabajo de reducción en caliente de la pieza colada (S104, 204);
enfriar con aire la pieza colada hasta una primera temperatura ambiente (S106, S206);
- 10 calentar la pieza colada hasta una segunda temperatura, como mínimo, de 871°C (1.600°F) durante un segundo período de tiempo (S108, S208);
exponer la pieza colada a una tercera temperatura durante un tercer período de tiempo (S110, S210), en el que la tercera temperatura es, como mínimo, 10°C (50°F) mayor que la segunda temperatura, y el tercer periodo de tiempo es de 2 horas a 6 horas o en el que la tercera temperatura es, como mínimo, 10°C (50°F) inferior a la segunda temperatura, y el tercer periodo de tiempo es de 2 horas a 6 horas, y la pieza colada se enfría en el horno desde la segunda temperatura disminuyendo hasta la tercera temperatura;
- 15 realizar un segundo trabajo de reducción en caliente de la pieza colada (S112, S212); y
enfriar con aire la pieza colada hasta una temperatura ambiente final para producir el artículo (S114, S214);
en el que el procedimiento no incluye una etapa de homogeneización.
- 20 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la segunda temperatura es de 871°C (1.600°F) a 982°C (1.800°F).
- 25 3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el segundo período de tiempo es de 12 horas a 48 horas.
- 30 4. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la tercera temperatura es de 871°C (1.600°F) a 954°C (1.750°F).
- 35 5. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la primera temperatura ambiente y la segunda temperatura ambiente son la temperatura del local.
- 40 6. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la aleación de cobre-níquel-estaño comprende del 8% en peso al 20% en peso de níquel y del 5% en peso al 11% en peso de estaño, siendo el resto cobre.
- 45 7. Procedimiento, según la reivindicación 6, en el que la aleación espinodal en bruto de colada de cobre-níquel-estaño comprende del 8% en peso al 10% en peso de níquel y del 5% en peso al 8% en peso de estaño.
- 50 8. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el primer trabajo de reducción en caliente (S104, 204) reduce el área de la pieza colada, como mínimo, en un 30%.
- 55 9. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el segundo trabajo de reducción en caliente (S112, S212) reduce el área de la pieza colada, como mínimo, en un 30%.
- 60 10. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la primera de temperatura es de 649°C (1.200°F) a 732°C (1.350°F).
- 65 11. Procedimiento (S100, S200), según la reivindicación 1, para producir una aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme, que comprende:
calentar una aleación espinodal en bruto de colada entre 704°C (1.300°F) y 760°C (1.400°F) durante aproximadamente 12 horas y, a continuación, reducir la aleación (S102, S204) trabajando en caliente;
enfriar con aire la aleación espinodal (S106, S206);
calentar la aleación espinodal hasta 927°C (1.700°F) durante un período de tiempo de 12 horas a 48 horas (S108);
calentar la aleación espinodal hasta 954°C (1.750°F) durante 4 horas (S110) o enfriar en el horno la aleación espinodal hasta 871°C (1.600°C) y calentar durante 4 horas (S210);
realizar un trabajo de reducción en caliente (S112, S212); y
enfriar con aire la aleación espinodal para producir la aleación espinodal con un tamaño de grano uniforme (S114, S214).

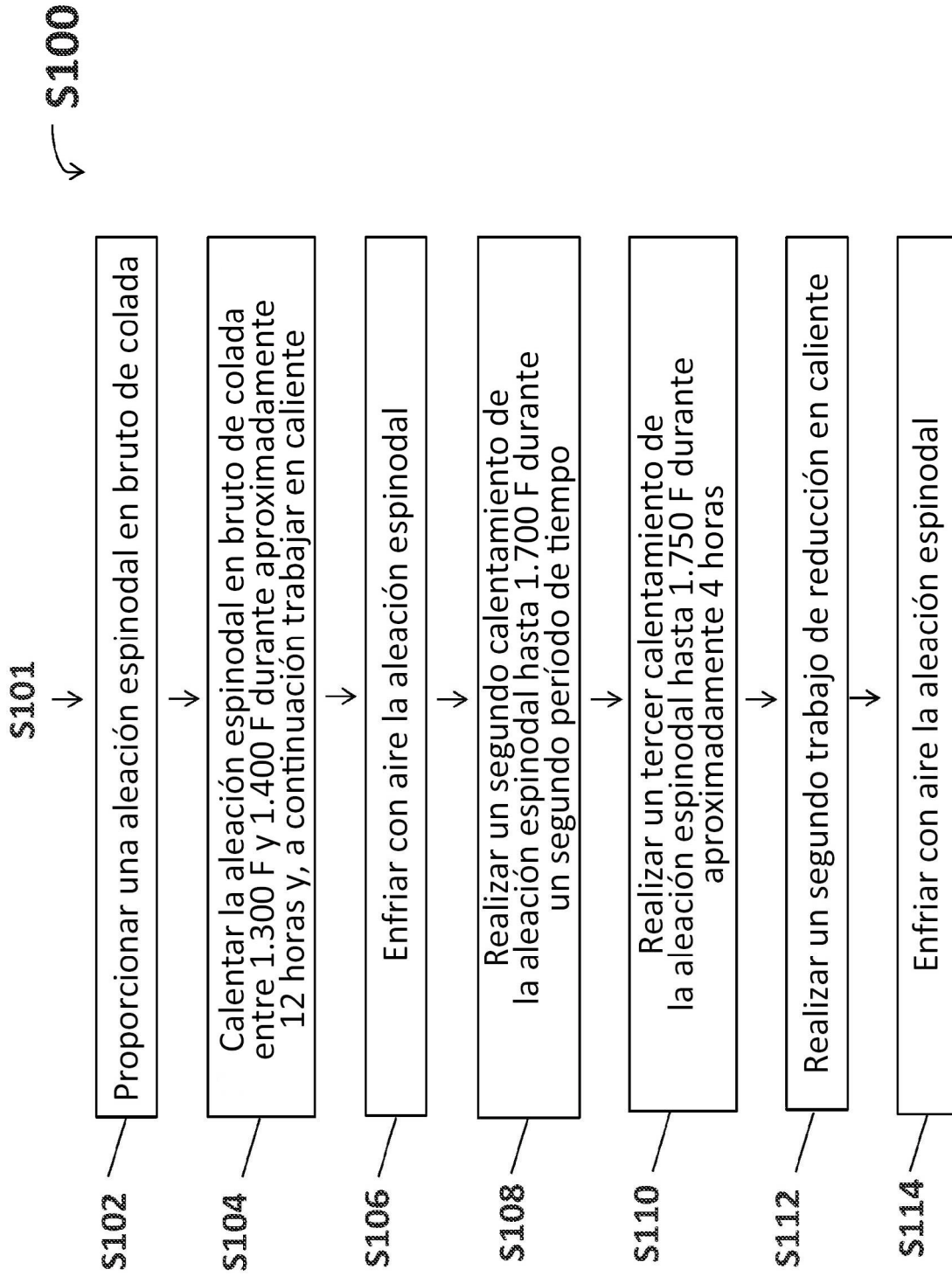


FIG. 1

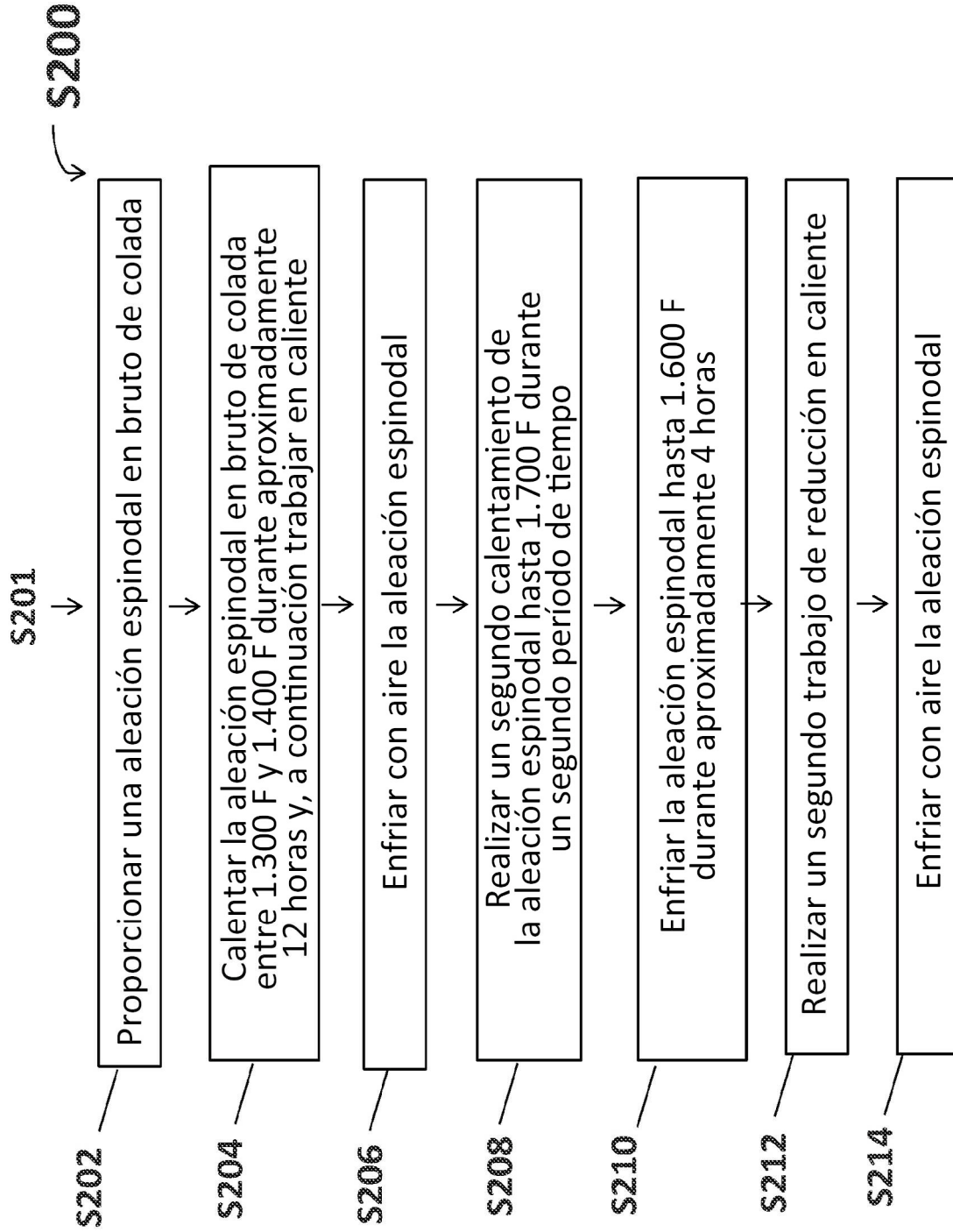


FIG. 2

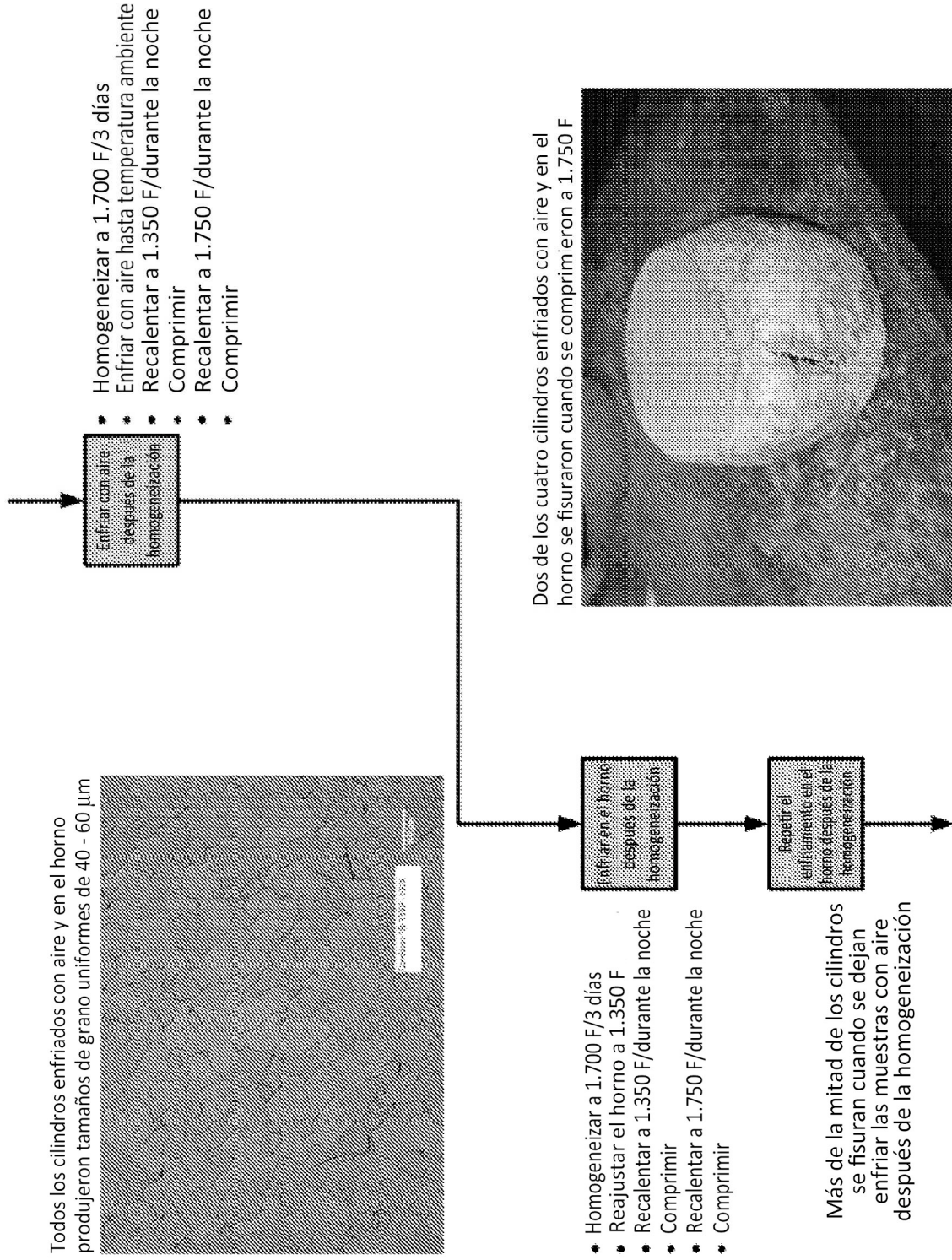


FIG. 3

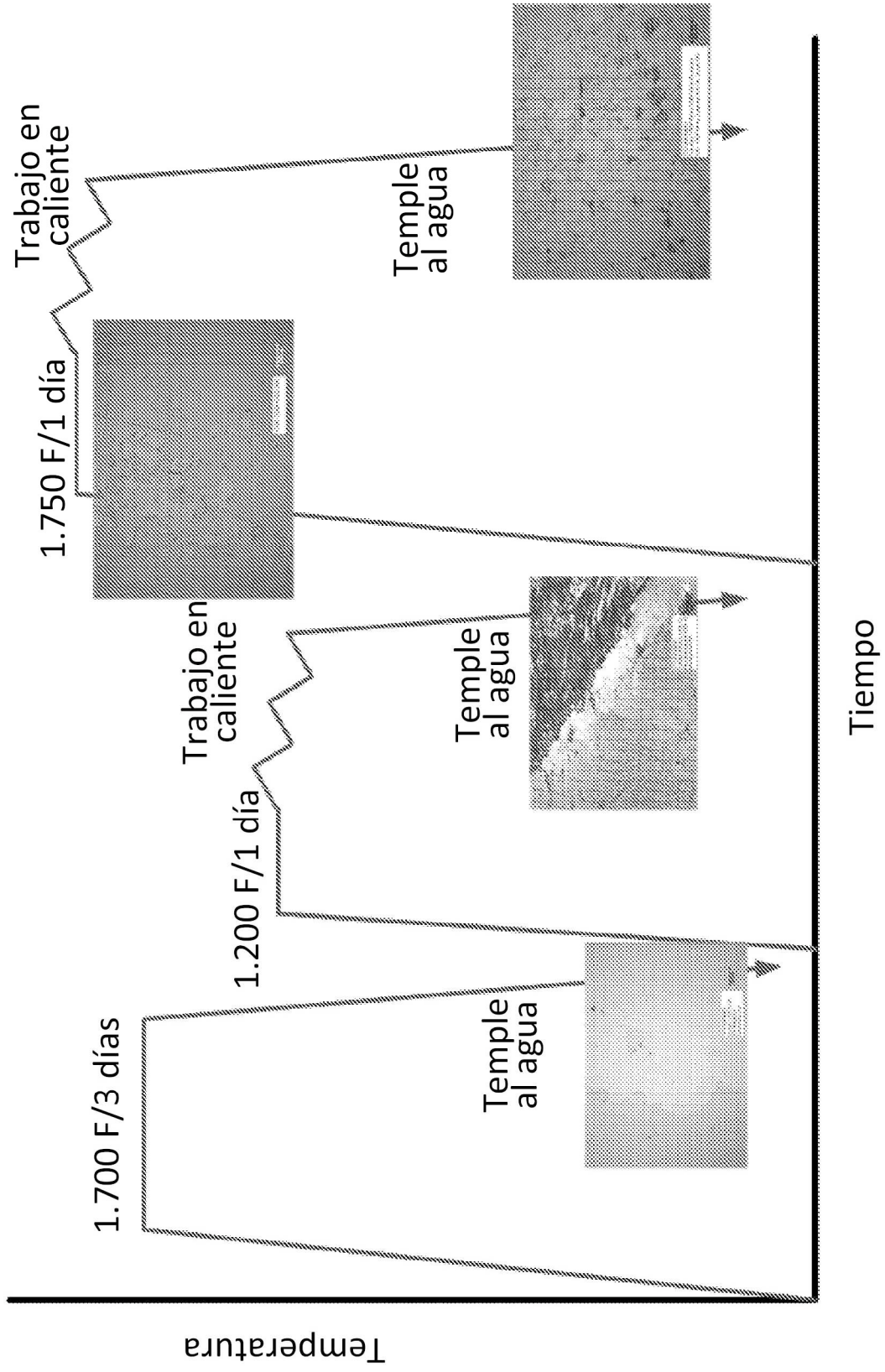


FIG. 4

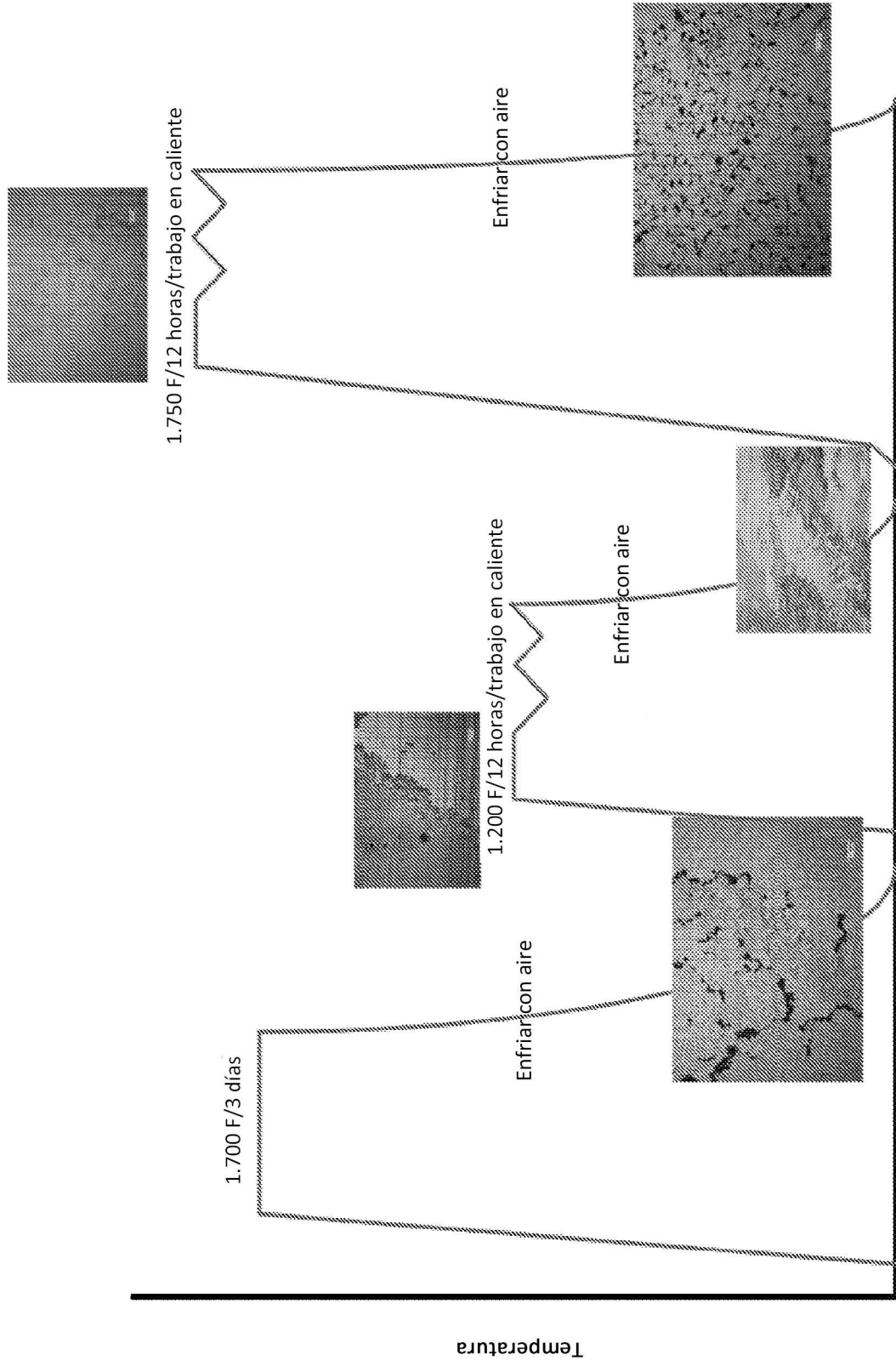
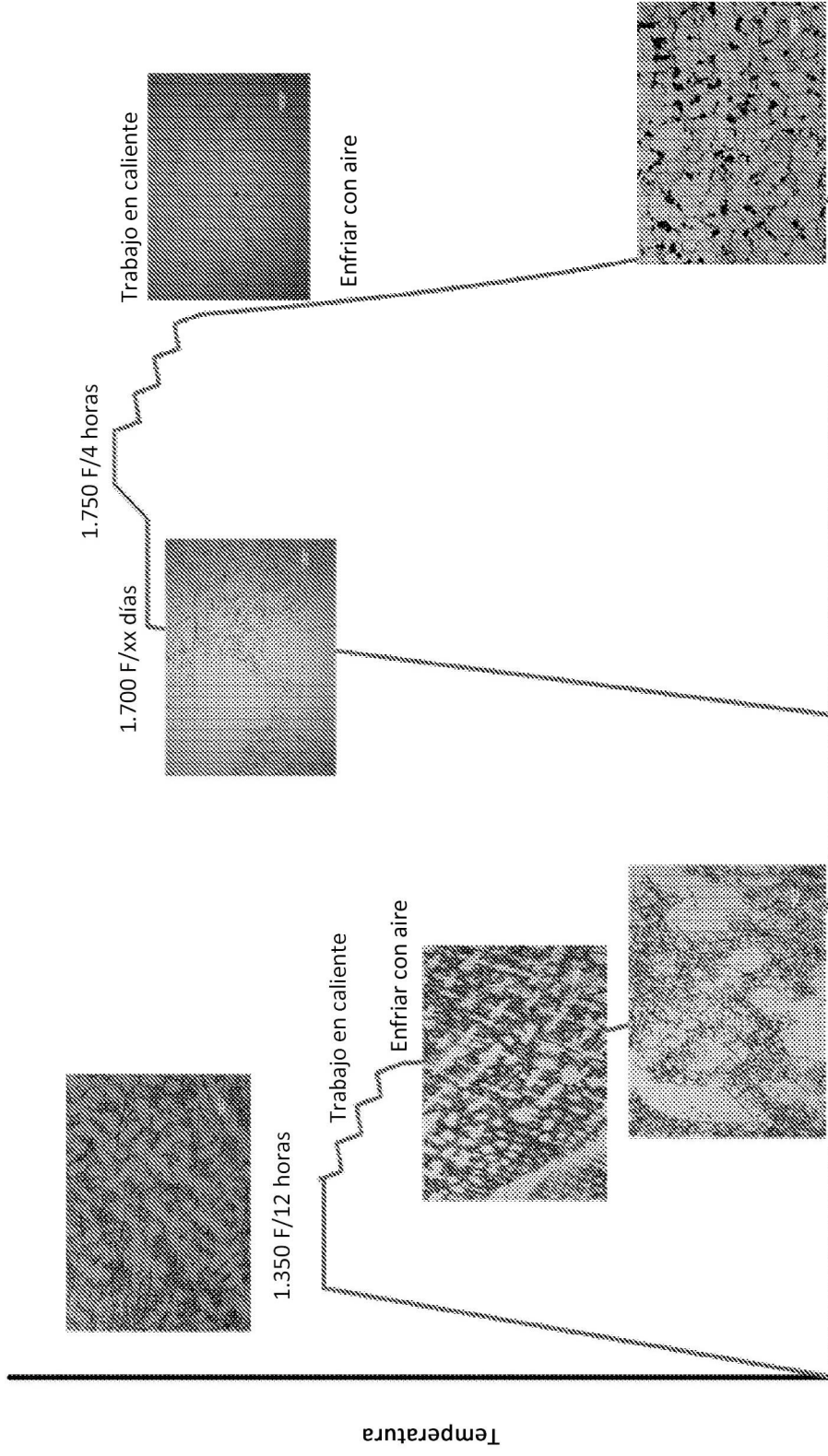
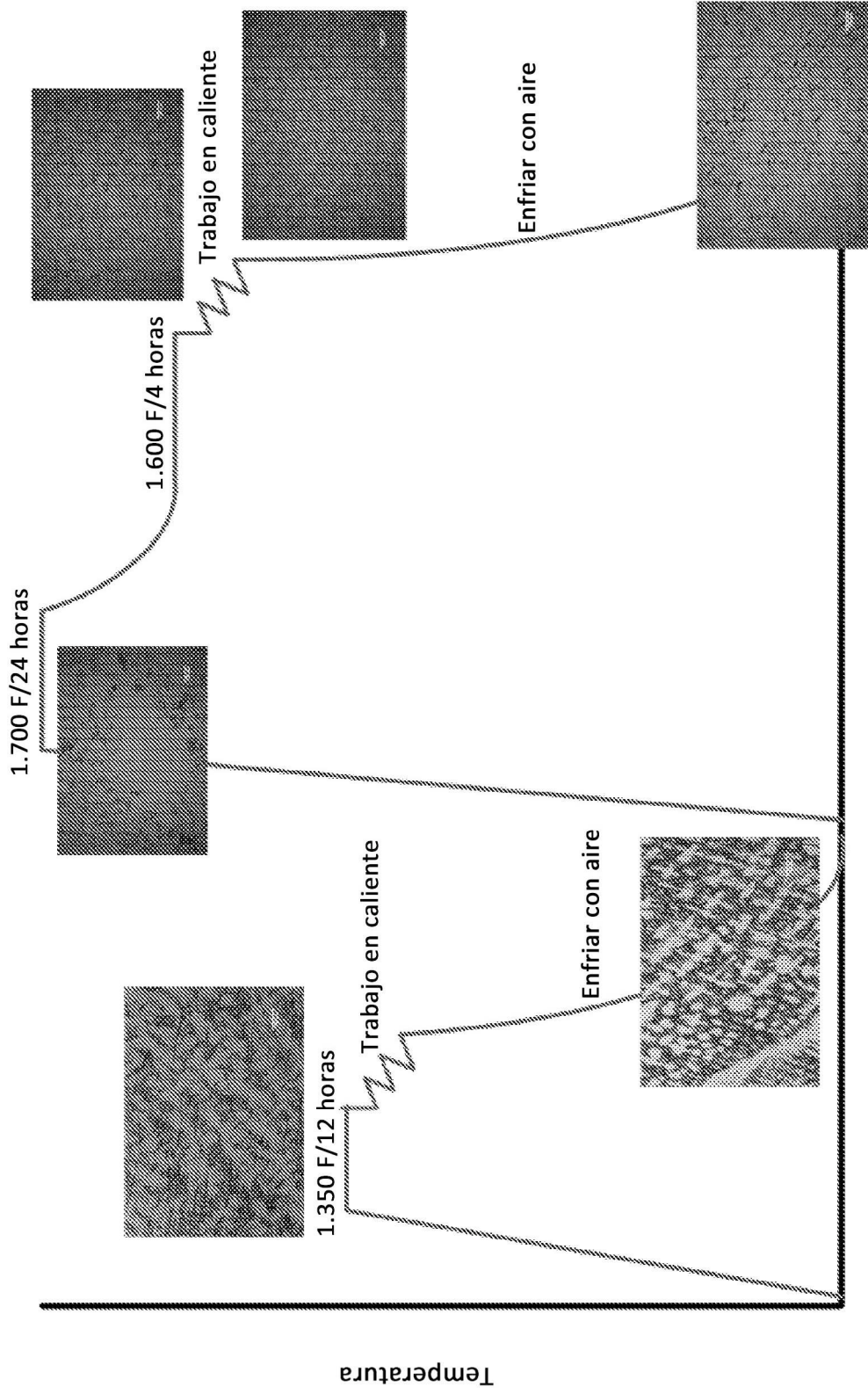


FIG. 5



Tiempo
FIG. 6



Tiempo
FIG. 7