(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 764 075**

(51) Int. Cl.:

C22C 1/10 (2006.01)
C22C 32/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.02.2007** **PCT/EP2007/051792**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **13.09.2007** **WO07101799**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.02.2007** **E 07726498 (4)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2019** **EP 1991713**

(54) Título: **Material compuesto de metal-aerogel**

(30) Prioridad:

03.03.2006 DE 102006009917

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.06.2020

(73) Titular/es:

DEUTSCHES ZENTRUM FÜR LUFT- UND RAUMFAHRT E.V. (100.0%)
Linder Höhe
51147 Köln, DE

(72) Inventor/es:

RATKE, LORENZ;
BRÜCK, SABINE y
STEINBACH, SONJA

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 764 075 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

Material compuesto de metal-aerogel

La presente solicitud se refiere a un material compuesto de una matriz de metal con materiales nanoestructurados incluidos con dimensiones macroscópicas (de micro- a milímetros).

La mayoría de los procedimientos desarrollados en las últimas décadas para la producción de metales porosos proporcionan espumas y esponjas de celda cerrada o abierta. Una morfología de tipo espuma es necesaria para lograr buenas propiedades mecánicas (rigidez) y, por tanto, para aplicaciones estructurales tales como, por ejemplo, elementos de construcción ligera en la construcción de vehículos. Las aplicaciones funcionales, tales como por ejemplo filtros, silenciadores o cambiadores de calor necesitan una estructura de celda abierta para que un medio fluido pueda penetrar en la espuma o la esponja o incluso atravesar la misma. Las esponjas o espumas de celda abierta se han producido hasta la fecha a través de la etapa de procedimiento de la fundición de precisión. Sin embargo, este procedimiento es muy complejo y, por tanto, caro. Un procedimiento alternativo conocido desde hace tiempo es la refundición de cargas con masas fundidas metálicas. Después de la retirada de las cargas queda disponible un cuerpo de celda abierta de tipo esponja con poros unidos entre sí. Las esponjas metálicas se producen, por norma general, mediante exposición a gas de una masa fundida o mediante descomposición térmica de, por ejemplo, hidruros. La producción de espuma en principio es un procedimiento no estacionario, inestable y difícil de controlar. Los procedimientos conocidos hasta la fecha están documentados de forma exhaustiva en la bibliografía (J. Banhart, J. Baumeister, M. Weber, Metallschaum, Aluminium, 70, 209-211 (1994); J. Banhart, J. Baumeister, M. Weber: Geschäumte Metalle als neue Leichtbauwerkstoffe, VDI Berichte 1021, 277-284, (1993); H. Cohrt, F. Baumgärtner, D. Brungs, H. Gers: Grundzüge der Herstellung von Aluminiumschaum auf PM-Basis, Tagungsband des ersten deutschsprachigen Symposiums Metallschäume; (Proceedings of the first German Symposium on Metal Foams); Bremen (Alemania), 6-7 de marzo; 91-102, (1997); J. J. Bikerman: Foams: Theory and Industrial Applications, Reinhold, Nueva York, cap. 4, (1953); M. Weber: Herstellung von Metallschäumen und Beschreibung der Werkstoffeigenschaften, Dissertation, TU Clausthal, (1995)).

En esencia, las espumas se equiparan a las esponjas y como sistemas de química coloidal son formaciones de celdas llenas de gas, con forma de esfera o poliedro, que se delimitan por travesaños fijos de celda. Los travesaños de celda, unidos a través de los denominados puntos de nodo, forman un armazón cohesionado. Entre los travesaños de celda se extienden las láminas de espuma (espuma de celda cerrada). Si las láminas de espuma se destruyen o si fluyen al final de la formación de espuma de vuelta a los travesaños de celda, se obtiene una espuma de celda abierta. Las espumas son termodinámicamente inestables, ya que mediante reducción de la superficie se puede obtener energía superficial. La estabilidad y, por tanto, la existencia de una espuma, por lo tanto, dependen de la medida en la que se consigue evitar su autodestrucción.

El documento DE 40 18 360 C1 describe la esponjadura de aleaciones de aluminio con ayuda de polvo de hidruro de titanio. El documento DE 41 01 630 C2 describe la esponjadura incluso de otros metales y aleaciones, tales como por ejemplo bronce, así mismo con ayuda de polvo de hidruro de titanio.

El documento WO 96/19314 A1 describe un material compuesto como material de soldadura indirecta con elevada estabilidad mecánica, compuesto por un componente de metal de alto punto de fusión y uno de bajo punto de fusión así como un componente de carga. Después de la soldadura indirecta se forman fases intermetálicas con un punto de fusión por encima de la temperatura de procesamiento, que presentan superficies internas en los componentes de carga. Por estas superficies internas se mejora la estabilidad mecánica de la unión por soldadura indirecta.

La traducción al alemán DE 603 01 737 T2, que se obtiene a partir del documento EP 1 333 222 B1, describe un procedimiento para la producción de una placa compuesta superaislante que, como alma aislante, presenta un material superaislante poroso con estructura de micro- o nanocelda y que está rodeado con una envoltura de barrera densa al vacío.

Muchos de los procedimientos que se han mencionado anteriormente, en particular la esponjadura de metales mediante el empleo de polvos de hidruro, tienen en común que estas espumas metálicas con frecuencia no son reproducibles en cuanto a sus propiedades y presentan una distribución irregular de los poros. Muchos de estos procedimientos dan como resultado espumas de metal con una porosidad de más del 85 %, por lo que estas espumas de metal no son adecuadas para aplicaciones en las que es necesaria una elevada resistencia mecánica y en particular una elevada resistencia a la compresión.

Si las espumas de metal se obtienen mediante la refundición de cargas, entonces las cargas se tienen que retirar con complejidad en una etapa de trabajo adicional.

Por tanto, el objetivo de la presente invención es **facilitar** espumas de metal, **es decir, materiales metálicos porosos,** que presenten una elevada estabilidad mecánica a pesar del peso reducido.

El objetivo en el que se basa la invención se resuelve en una primera forma de realización mediante un material compuesto que contiene poros de una matriz de metal con aerogeles nanoestructurados incluidos.

Son poros en el sentido de la invención las áreas con volumen del material compuesto que no están rellenas con metal y que presentan una densidad en un intervalo de 0,001 g/cm^3 a 0,1 g/cm^3. Los poros **están** rellenos en parte o por completo por los materiales nanoestructurados incluidos. La denominación de acuerdo con la invención poros, que están llenos de forma clásica con gas, por tanto, se aparta de forma intencionada de la comprensión hasta la fecha, ya que los poros de acuerdo con la invención también pueden estar rellenos con aerogel.

Los materiales nanoestructurados en el sentido de la invención comprenden aquellos que presentan elevaciones en su superficie, de las cuales al menos el 80 % de las elevaciones presentan una separación de elevaciones adyacentes en el intervalo de 5 nm a 500 nm, poseyendo las propias elevaciones una altura en el intervalo de 5 nm a 500 nm. Además, por ello se ha de entender materiales cuya estructura interna se compone de nanopartículas, es decir, partículas con un diámetro en un intervalo de 2 a 100 nm, que están reticuladas. Si los materiales nanoestructurados están presentes como partículas, entonces el tamaño de partícula ventajosamente se encuentra en un intervalo de 0,1 a 5 mm.

Ventajosamente, la porosidad del material compuesto de acuerdo con la invención se encuentra en un intervalo del 20 al 80 %, de forma particularmente preferente en un intervalo del 30 al 70 %. La porosidad en el sentido de la invención es la relación del peso de un volumen predefinido determinado del material compuesto de acuerdo con la invención con respecto al peso de un cuerpo de metal correspondientemente sin poros con el mismo volumen. Si la porosidad es demasiado grande, entonces este material compuesto presenta una resistencia mecánica demasiado reducida para muchas aplicaciones. Si la porosidad es demasiado reducida, entonces el peso de este material compuesto es demasiado elevado para muchas aplicaciones. Por el hecho de que los poros ventajosamente pueden estar rellenos también por los materiales nanoestructurados, en este caso la porosidad por tanto se corresponde en esencia al contenido en volumen de los materiales nanoestructurados, en el caso de que los materiales nanoestructurados sean desdeñablemente ligeros.

El volumen de los poros rellenos individuales preferentemente está ajustado de tal manera que el volumen de al menos el 80 % de los poros asciende como máximo en cada caso a 500 mm^3. Si el volumen de más del 80 % de los poros asciende en cada caso a más de 500 mm^3, entonces estos materiales compuestos no se pueden solicitar mecánicamente de forma suficiente. El tamaño de los poros del material compuesto de acuerdo con la invención se puede determinar, por ejemplo, según la norma ASTM 3576-77.

Ventajosamente, los materiales nanoestructurados son químicamente inertes. Químicamente inerte en el sentido de la invención significa que los materiales nanoestructurados no establecen ninguna reacción química con el metal fundido. Esto es particularmente ventajoso, ya que de este modo se puede evitar una degradación, por ejemplo oxidación, de la matriz de metal.

Los materiales nanoestructurados son aerogeles. Gracias a la densidad reducida de estos materiales, durante la producción partículas de estos materiales se pueden rodear con masas fundidas metálicas y forman así los poros del material compuesto de acuerdo con la invención, sin la necesidad de retirar estos materiales del material compuesto. Esto se aplica en particular para el aerogel, ya que la densidad del aerogel empleado de acuerdo con la invención se encuentra ventajosamente en un intervalo de 0,005 a 0,025 g/cm^3. El aerogel es particularmente ventajoso, ya que es de celda abierta, posee una gran superficie específica y, por tanto, se puede emplear en materiales tanto de celda abierta como de celda cerrada. A diferencia de esto, de hecho, los materiales nanoestructurados de celda cerrada podrían no dar como resultado materiales compuestos de celda abierta.

Los aerogeles contenidos de acuerdo con la invención comprenden ventajosamente aerogeles de sílice. Aunque los materiales compuestos de acuerdo con la invención se pueden obtener con aerogeles hidrófilos, se prefieren aerogeles hidrófobos, ya que los mismos se pueden cubrir de forma particularmente sencilla con masa fundida de metal. El diámetro del poro del propio aerogel se encuentra ventajosamente en un intervalo de 5 a 50 nm. La superficie específica de los aerogeles de acuerdo con la invención empleados se encuentra ventajosamente en un intervalo de 200 a 1500 m^2/g. Ventajosamente, la conductividad térmica de los aerogeles se encuentra en un intervalo de 0,005 a 0,03 W/mK a 25 °C. El aerogel se encuentra preferentemente como granulado, en particular como granulado en el que la distribución del tamaño de grano es de tal forma que al menos el 80 % en volumen del granulado de aerogel presenta una granulación en un intervalo de 0,1 a 5 mm. La forma de los granos del aerogel está ventajosamente seleccionada de forma de esfera, poliédrica, cilíndrica o en forma de placa.

El metal de la matriz ventajosamente está seleccionado de aluminio, zinc, estaño, cobre, magnesio, silicio o una aleación de al menos dos de estos metales. La matriz de metal está compuesta de forma particularmente preferente de aluminio o de una aleación de aluminio. Como aleaciones en particular son preferidas además AlSi, AlSiMg, AlCu, bronce o latón. El punto de fusión de la matriz de metal de acuerdo con la invención se encuentra ventajosamente en un intervalo de 600 a 900 °C, en particular en un intervalo de 600 a 750 °C.

A pesar de que hasta la fecha se ha considerado que el aerogel mecánicamente es muy inestable, en el caso de la presente invención se ha conseguido, sorprendentemente, procesar por primera vez aerogel con conservación de la estructura con una masa fundida de metal hasta dar un material compuesto. Gracias a la selección de los aerogeles se puede ajustar de este modo por primera vez una morfología de celda con tamaños de poro definidos en la espuma de metal. El aerogel como carga, a causa de su peso bajo, a diferencia de la producción convencional de una espuma

metálica, ya no se tiene que retirar.

Los materiales compuestos de acuerdo con la invención presentan ventajosamente una dureza de recalcado o resistencia a la compresión con un recalcado del 20 % de al menos 8 MPa (según la norma DIN 53577 / ISO 3386). El peso específico de los materiales compuestos de acuerdo con la invención se encuentra ventajosamente en un intervalo de 0,3 bis 2 g/cm^3, en particular en un intervalo de 1 a 2 g/cm^3. Si la densidad del material compuesto es demasiado alta, entonces el material compuesto no es adecuado para muchas aplicaciones en las que se necesitan materiales ligeros. Sin embargo, si la densidad es demasiado reducida, entonces los materiales compuestos resultantes no son mecánicamente estables de forma suficiente.

En otra forma de realización se resuelve el objetivo en el que se basa la invención mediante un procedimiento para la producción del material compuesto de acuerdo con la invención, que está caracterizado porque se llevan a cabo las siguientes etapas:

a) mezcla externa del **aerogel** con una masa fundida de metal y traspaso a un molde o
a') mezcla del **aerogel** con una masa fundida de metal en el molde,
b) dejar solidificar y
c) extracción del molde.

Por tanto, el objetivo se resuelve al introducirse por agitación, por ejemplo, partículas de aerogel de sílice nanoestructuradas con forma de poliedro o esférica en una masa fundida de metal dado el caso tixotrópica. Ya que el aerogel ventajosamente es químicamente inerte, no tiene lugar ninguna reacción entre el metal y la masa fundida. Durante la agitación, el metal se solidifica e incluye las partículas de aerogel. Aún en el estado blando se puede prensar ventajosamente el compuesto de metal, de tal forma que se puede realizar una conformación deseada. En el sentido de la invención, la masa fundida de metal siempre es tixotrópica cuando su temperatura se encuentra entre la temperatura de líquido y de sólido.

El procedimiento también se puede basar ventajosamente en el llenado de una acumulación de granulado de aerogel con una masa fundida de metal. La masa fundida expuesta ventajosamente a presión penetra en los intersticios y rellena las zonas de cuña. Después de la solidificación ya no se tiene que retirar el aerogel, ya que con una densidad de, por ejemplo, aproximadamente 0,015 g/cm^3 representa solo una fracción del peso total. La exposición a presión se puede realizar ventajosamente en caso de componentes de menor tamaño gracias a la fuerza centrífuga en la fundición centrifugada y, en caso de componentes de mayor tamaño, en la fundición a troquel.

En otra forma de realización se resuelve el objetivo en el que se basa la invención mediante el uso de los materiales compuestos de acuerdo con la invención en la construcción ligera de estructuras, en particular en aplicaciones en automóviles o en aparatos electrónicos portátiles.

Ejemplos de realización:

Ejemplo 1:

Se obtuvo granulado de aerogel de sílice a partir de monolitos de aerogel mediante molienda. El aerogel de sílice poliédrico hidrófilo obtenido de este modo (Airglas®, Staffanstorp, Suecia) se caldeó en primer lugar a 600 °C como granulado. Se fundió una aleación de AlSi (aluminio que contiene un 7 % en peso de silicio) y a continuación se llevó, mediante agitación lenta con disminución simultánea de la temperatura al intervalo entre la temperatura de líquido y de sólido, al estado tixotrópico (semisólido). Se añadió granulado de aerogel (granulación de 0,1 mm a 5 mm) en un 40 % en volumen al metal mediante agitación. La mezcla se produjo a mano. El metal semisólido evitó una flotación del granulado de aerogel de sílice extremadamente ligero. En cuanto ya no fue posible una agitación a causa de la solidificación avanzada, el compuesto todavía blando se expuso a presión y se pudo llevar, de este modo, hasta cualquier forma discrecional. La porosidad ascendió al 40 % en caso de diámetros de poro en un intervalo de 0,1 a 5 mm. La figura 1 muestra el material compuesto metálico de acuerdo con el ejemplo 1.

Ejemplo 2:

Se llenó granulado de aerogel de acuerdo con el ejemplo 1 con una aleación de AlSiMg caliente a 720 °C (aluminio que contiene un 7 % en peso de silicio y un 0,6 % en peso de magnesio). Para esto se llenó un molde con una carga suelta del granulado de aerogel. El vaciado se realizó desde abajo, de tal manera que la masa fundida, con una ligera presión, rellenó por completo los intersticios entre las partículas. En este caso fue suficiente una ligera sobrepresión de 1 atmósfera. Después de la finalización del vaciado se obtuvo un compuesto metálico de granulado de aerogel y metal.

Ejemplo 3:

Los procedimientos mencionados en los ejemplos 1 y 2 se llevaron a cabo también con granulado de aerogel esférico, las denominadas Aerogel Beads de Cabot Corp. En el caso de la selección de esta carga se definió de forma inequívoca la posterior morfología de celda.

Ejemplo 4:

Los granulados de aerogel, tal como en el ejemplo 1, se llenaron en un molde resistente a calor hasta rellenar por completo el espacio y se introdujeron en una instalación de fundición centrifugada. El crisol de la instalación de fundición centrifugada (AuTi2,0, Linn High-Term, Eschfelden) se llenó con una aleación de aluminio que contenía el 7 % en peso de silicio (aproximadamente 100 g). Mediante el procedimiento normal de la fundición centrifugada se rellenaron los espacios huecos entre las partículas de aerogel por completo con metal. El contenido en volumen de poros que se habían rellenado por completo con aerogel se pudo variar por la distribución del tamaño de partícula de las partículas de relleno entre el 50 y el 80 % en peso.

REIVINDICACIONES

1. Material compuesto, que contiene poros, de una matriz de metal con aerogeles **nanoestructurados** incluidos **en los poros**, **siendo los poros áreas de volumen del material compuesto que no están rellenas con metal y que presentan una densidad en un intervalo de 0,001 g/cm^3 a 0,1 g/cm^3.**

2. Material compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la matriz de metal comprende aluminio o una aleación de aluminio.

3. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** los **aerogeles** nanoestructurados son químicamente inertes.

4. Material compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el aerogel es un aerogel de sílice.

5. **Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque los aerogeles presentan un tamaño de partícula en un intervalo de 0,1 mm a 5 mm.**

6. Material compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la porosidad se encuentra en un intervalo del 20 al 80 %.

7. Procedimiento para la fabricación de un material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** se llevan a cabo las siguientes etapas:

a) mezcla externa del aerogel con una masa fundida de metal y traspaso a un molde o
a') mezcla del aerogel con una masa fundida de metal en el molde,
b) dejar solidificar y
c) extracción del molde.

8. Uso de los materiales compuestos de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a **6** en la construcción ligera de estructuras, en particular en aplicaciones en automóviles o en aparatos electrónicos portátiles.

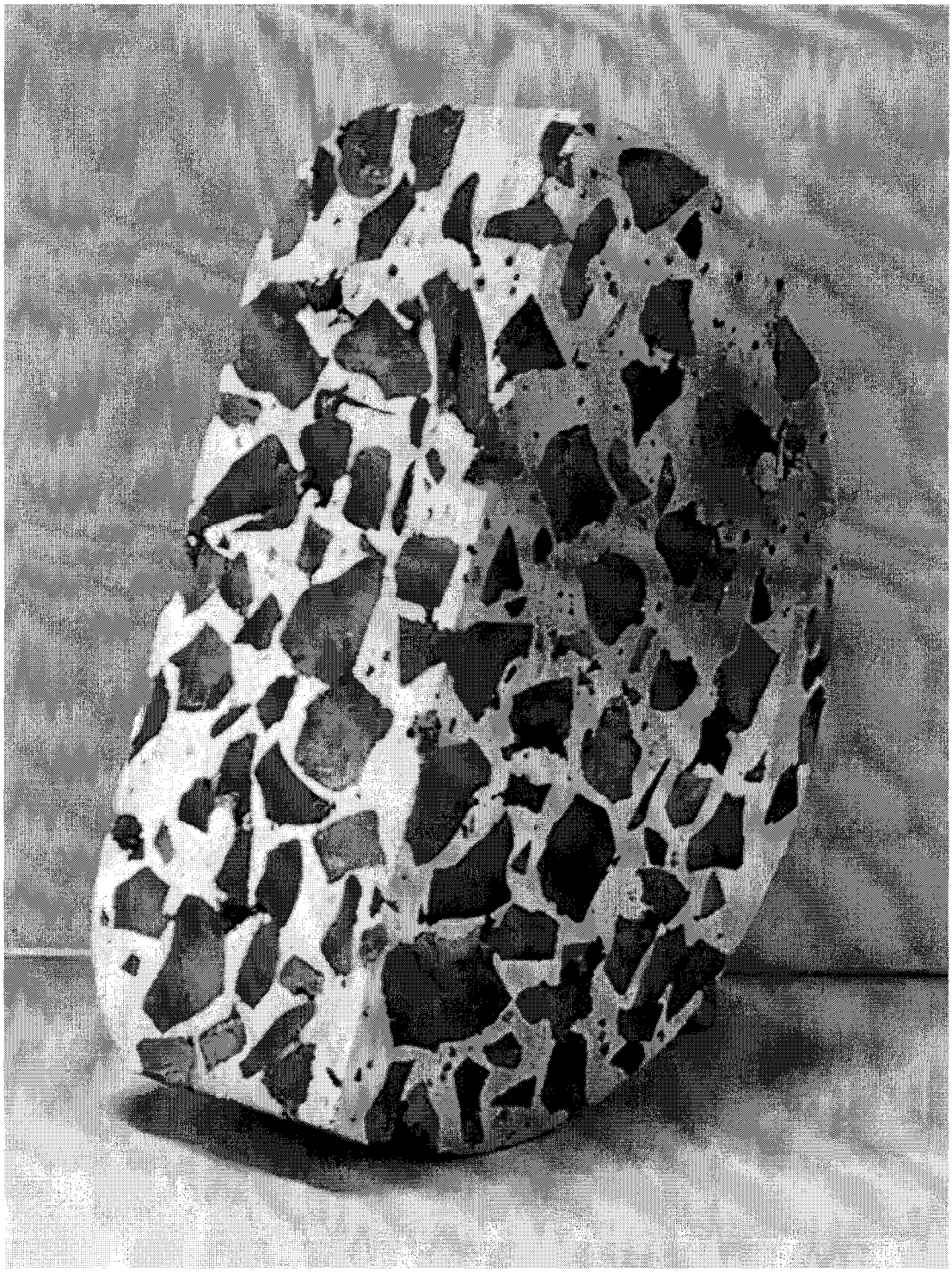

Fig. 1

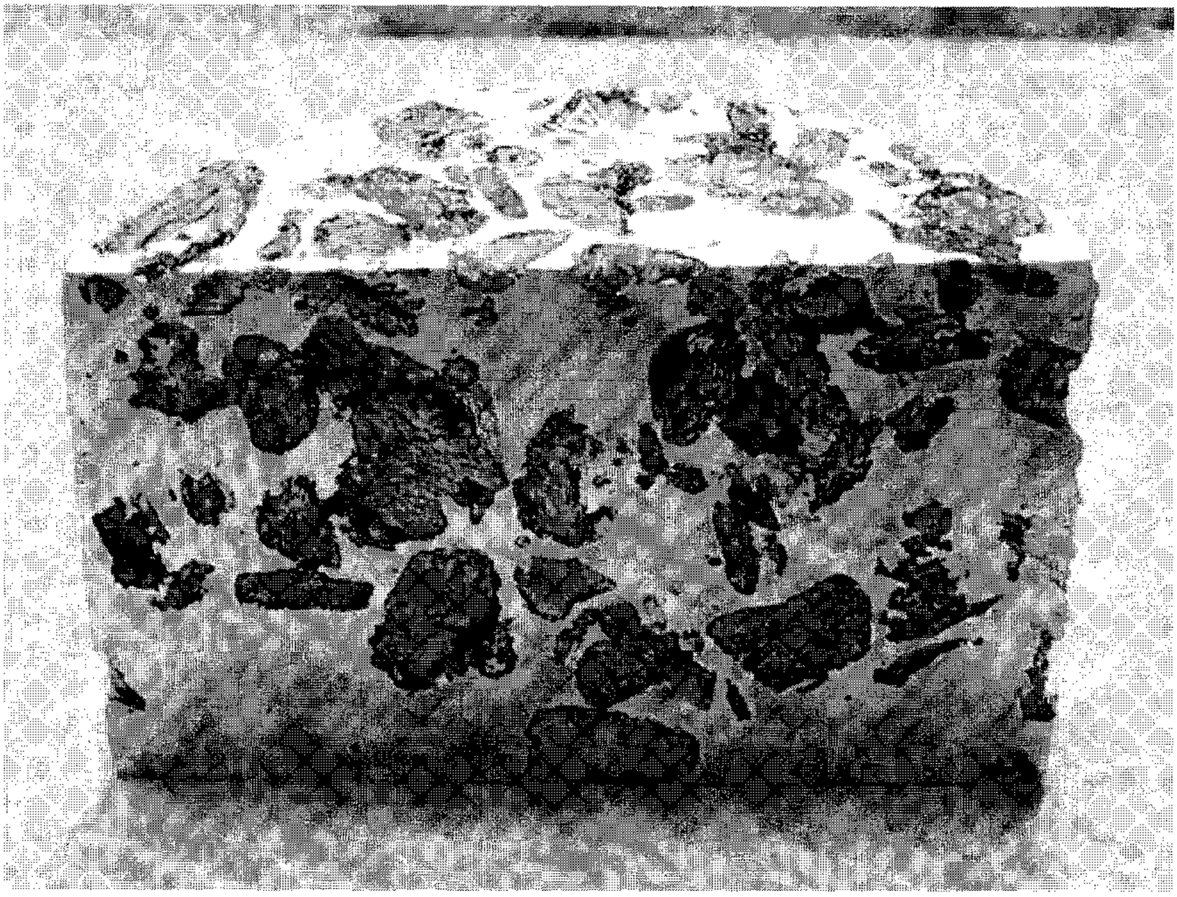

Fig. 2