

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 991 692**

51 Int. Cl.:

C21D 8/02 (2006.01)

C22C 21/00 (2006.01)

C22F 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.12.2021 PCT/EP2021/086404**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2022 WO22129475**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2021 E 21839200 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2024 EP 4263884**

54 Título: **Lámina de aluminio con propiedad de barrera mejorada**

30 Prioridad:

18.12.2020 EP 20215692

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

04.12.2024

73 Titular/es:

**SPEIRA GMBH (100.0%)
Aluminiumstraße 1
41515 Grevenbroich, DE**

72 Inventor/es:

**LAPTYEVA, GALYNA;
EBERHARD, MICHAEL;
SIMMER, JAN;
WIMMER, MICHAEL;
SCHUBERT, GÜNTER;
CALMER, DIRK y
HOLZ, STEFAN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 991 692 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

Lámina de aluminio con propiedad de barrera mejorada

5 La invención se refiere a una lámina de aleación de aluminio con un espesor de como máximo 12 μm , como máximo 9 μm o inferior a 8 μm , en donde la lámina de aleación de aluminio presenta una aleación de aluminio AA1xxx o A8xxx en el estado de material H2x u O. La invención también se refiere a un procedimiento para producir una lámina de aleación de aluminio y a su uso.

10 Las láminas de aleación de aluminio con los espesores mencionados se usan con frecuencia en envases de alimentos, en donde éstas son por ejemplo una parte constituyente de materiales compuestos multicapa. Las láminas de aleación de aluminio contenidas en materiales compuestos multicapa se usan principalmente por las buenas propiedades de barrera. Por regla general, la lámina de aleación de aluminio presenta un efecto barrera muy bueno, por ejemplo, para el vapor de agua, oxígeno, dióxido de carbono y moléculas de mayor tamaño, tal como por ejemplo aromas. Esto se
 15 consigue mediante la estructura cristalina de la lámina de aleación de aluminio, que esencialmente impide una solubilidad y difusión de átomos más grandes a través de la estructura cristalina. Únicamente los defectos en una lámina de aleación de aluminio, por ejemplo poros u orificios, permiten que el material se transporte a través de la lámina de aleación de aluminio. Los poros son pequeñas aberturas en las láminas de aleación de aluminio que pueden detectarse por el paso local de la luz a través de la lámina. De acuerdo con la norma DIN EN 546-4, los poros de una
 20 lámina de aleación de aluminio son orificios distribuidos aleatoriamente con un diámetro de como máximo 200 μm . De acuerdo con la definición en la norma DIN EN 546-4, a partir de 200 μm se trata de orificios de laminación. Hasta ahora se sabía que la porosidad de las láminas de aleación de aluminio aumenta con el espesor decreciente. A este respecto, los poros pueden tener una serie de diferentes orígenes. Las inclusiones o impurezas en la masa fundida de metal, por ejemplo aquellas procedentes de materiales refractarios o incluso fases gruesas de fundición (por ejemplo, Al_3Fe)
 25 pueden desprenderse del material laminado durante la laminación y dejar orificios de laminación en la lámina de aleación de aluminio. Si las partículas encerradas en el metal son especialmente quebradizas, tal como por ejemplo fases de Al_3Fe , también pueden romperse durante la laminación y los fragmentos más pequeños pueden introducirse por laminación en el material laminado. Esto da lugar a poros individuales o líneas de poros en las láminas de aleación de aluminio laminadas, que deterioran las propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio. Además, en
 30 las investigaciones con respecto a la presente invención se descubrió que las láminas de aleación de aluminio también pueden presentar microporos con un tamaño significativamente inferior a 20 μm , en particular con un tamaño de 1 μm a 5 μm , que pueden aparecer en números muy grandes, localmente limitados en las denominadas "poblaciones", que normalmente se extienden en la dirección de laminación de la lámina de aleación de aluminio. Los poros designados como microporos igualmente pueden influir negativamente en la propiedad de barrera de la lámina de aleación de
 35 aluminio.

Un proceso necesario en la producción de láminas de aleación de aluminio para la producción de materiales compuestos multicapa es el recocido final para desengrasar la lámina de aleación de aluminio laminada. En la laminación de bandas y láminas de aleación de aluminio se usan emulsiones de aceite de laminación y aceites de
 40 laminación. Sus residuos deben eliminarse de la lámina después de la laminación para que las propiedades importantes de la lámina de aleación de aluminio, tal como por ejemplo propiedades de adherencia, propiedades humectantes, presenten un nivel predeterminado para el procesamiento para dar materiales multicapa. Para ello, las láminas se enrollan en una bobina o un rollo ya confeccionado y se someten a recocido como bobina o rollo. Los medios de laminación presentes en la lámina de aleación de aluminio deben eliminarse esencialmente de la manera más completa posible de la bobina o del rollo por descomposición y evaporación. El tratamiento con temperatura
 45 coloca la lámina de aleación de aluminio en el estado de material parcialmente duro H2x o en el estado de material recocido blando O.

Se sabe por la solicitud de patente US 2002/0043310 A1 que se puede desengrasar una lámina de aleación de aluminio de AlFe con un espesor inferior a 12 μm mediante un recocido final a temperaturas de 200 °C a 300 °C durante al menos 50 horas. En el estado de material O, con un espesor inferior a 12 μm , la lámina de aleación de aluminio presenta una porosidad inferior a 10 poros/ dm^2 de acuerdo con la norma DIN- EN 546-4. En el ejemplo de realización de la mencionada solicitud de patente estadounidense, las láminas con un espesor de 6,6 μm se someten a un recocido blando a 280 °C durante 80 horas. Aunque las láminas de aleación de aluminio conocidas presentan
 50 una porosidad de 6 poros/ dm^2 de acuerdo con la norma DIN EN 546-4, mediante esto no pueden asegurarse las propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio.

La norma DIN EN 546-4 registra sólo poros a partir de un tamaño mínimo de 20 μm . Los poros con un tamaño inferior a 20 μm no se registran por la norma DIN EN 546-4. En la práctica, la mayoría de los poros presentan una forma redonda u ovalada con bordes irregulares. Para determinar el tamaño de poro, se determina la superficie del poro en luz transmitida bajo el microscopio mediante la obtención de imágenes del contorno exacto con los bordes más nítidos posibles y a partir de esto se calcula un diámetro circular equivalente al área. Para medir la porosidad de acuerdo con la norma DIN EN 546-4, las láminas laminadas se someten a prueba con ayuda de una caja de luz. La muestra de lámina se coloca a este respecto en la caja de luz, en el caso de una lámina laminada por duplicado se dirige el lado mate hacia el probador. La prueba tiene lugar a este respecto según la norma DIN EN 546-4 en una sala oscura con una intensidad de iluminación máxima restante de 20 a 50 Lux. Se usa una placa de vidrio translúcido como caja de
 60
 65

luz, que se ilumina desde abajo con ayuda de una fuente de luz que proporciona una intensidad de iluminación uniforme de 1000 a 1500 Lux. De acuerdo con una variante de la norma DIN EN 546-4, la medición de la porosidad puede realizarse de modo que a partir de una superficie de lámina más grande se seleccione una superficie de medición de 1 dm², que presenta la porosidad más alta y, por lo tanto, representa la peor superficie de medición en la lámina. Como medida de la porosidad se determinó el número de poros determinado en esta superficie de medición de acuerdo con la norma DIN EN 546-4. Sin embargo, aunque la superficie de medición más desfavorable de la lámina de acuerdo con la norma DIN EN 546-4 presente una porosidad muy baja, las propiedades de barrera de la lámina no siempre podían garantizarse, ya que la aparición de los microporos detectados con un tamaño inferior a 20 µm o con tamaños de 1 µm a 5 µm no se registra por la norma DIN EN 546-4.

Partiendo de este estado de la técnica, la presente invención se basa, por tanto, en el objetivo de proponer una lámina de aleación de aluminio con propiedades de barrera mejoradas, un procedimiento para su producción así como un uso de acuerdo con la invención de la lámina de aleación de aluminio.

El objetivo mencionado anteriormente se soluciona de acuerdo con una primera enseñanza de la presente invención debido a que la lámina de aleación de aluminio presenta un número máximo de poros con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm de como máximo 12 por dm², como máximo 8 por dm² o como máximo 6 por dm².

Se ha descubierto que los poros no registrados por la norma DIN EN 546-4, es decir, los poros con un tamaño de poro inferior a 20 µm, pueden influir significativamente en las propiedades de barrera de una lámina de aleación de aluminio. Teniendo en cuenta incluso los poros más pequeños a partir de 1 µm al limitar el número máximo de poros con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm a como máximo 12 por dm² o como máximo 8 por dm² o como máximo 6 por dm², pueden proporcionarse láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención que presentan propiedades de barrera significativamente mejores en comparación con las láminas de aleación de aluminio producidas de acuerdo con la norma DIN EN 546-4. Esto se debe al hecho de que también se minimiza la influencia de los denominados microporos con un tamaño de 1 µm a 20 µm en las propiedades de barrera en las láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención. Las láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención son, por tanto, especialmente adecuadas para su uso como capa de barrera, por ejemplo en un material compuesto multicapa.

Los poros con un tamaño de 1 µm a 20 µm, en particular de 1 µm a 5 µm, pueden encontrarse en las láminas de aleación de aluminio convencionales en las denominadas "poblaciones" espacialmente limitadas que se extienden en la dirección de laminación. No obstante, en estas poblaciones están presentes muchos microporos.

De acuerdo con la presente invención, el número máximo de poros por dm² con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm se determina debido a que se divide la lámina de aleación de aluminio por toda la anchura de lámina en superficies de medición de 5 a 6 dm² de tamaño con una longitud de borde de 100 mm a 320 mm transversalmente a la dirección de laminación de la lámina de aleación de aluminio, de modo que se obtengan al menos 3, preferentemente al menos 5 superficies de medición en toda la anchura de la lámina de aleación de aluminio. A continuación, se determina el número de poros con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm en cada superficie de medición y se calcula el número máximo de poros por dm² a partir de la superficie de medición con el mayor número de poros por superficie de medición dividiendo por el tamaño seleccionado de la superficie de medición y redondeando a un número entero de poros. La medición del número máximo de poros se realiza tras el recocido final en el estado de material H2x u O, por ejemplo en bobinas o rollos confeccionados. En este contexto, confeccionado significa que la lámina de aleación de aluminio ya ha sido cortada a medida, al menos en anchura, para su uso posterior.

Con el parámetro del número máximo de poros por dm² de acuerdo con la presente invención, también se registran microporos, que pueden aparecer localmente agrupados con un tamaño de 1 µm a 20 µm, en las denominadas poblaciones. Como ya se ha mencionado, estas poblaciones a menudo se extienden en la dirección de laminación de la lámina de aleación de aluminio y pueden encontrarse localmente limitadas sólo en determinadas zonas de la lámina de aleación de aluminio. Sin embargo, al determinar el número máximo de poros por dm² de acuerdo con la presente invención, estas poblaciones de microporos se registran de forma fiable, ya que se tiene en cuenta toda la anchura de la película. La lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención con un número máximo de poros de como máximo 12, como máximo 8 o preferentemente como máximo 6 por dm² está por lo tanto prácticamente libre de microporos y proporciona así propiedades de barrera especialmente buenas.

La medición del número de poros se realiza en una sala completamente a oscuras con una intensidad de iluminación residual inferior a 0,25 Lux. A este respecto, la superficie de la lámina de aleación de aluminio que debe medirse se coloca sobre una superficie de cristal transparente y se fija con un marco cuyas dimensiones internas corresponden a la superficie de medición. Una fuente de luz está dispuesta por debajo de la placa de vidrio con iluminación de la superficie de medición de la forma más uniforme posible. La lámina se fija a través del marco de modo que la superficie de medición se fija a la lámina de aleación de aluminio y esencialmente no se emite luz residual de la fuente de luz más allá de la lámina. Los bordes de la película deben estar completamente oscurecidos. Por ejemplo, una fuente de luz plana con intensidad de iluminación de al menos 15000 Lux puede utilizarse como fuente de luz con una placa de vidrio.

En una habitación oscura, la superficie de medición se fotografía con una cámara digital centrada por encima de la

superficie de medición, en donde debe utilizarse un tiempo de exposición de 30 s con un valor ISO de 800 o superior a fin de poder registrar el paso de la luz incluso a través de los poros más pequeños con un tamaño de 1 µm a 20 µm. La distancia de la cámara debe seleccionarse de forma que se registre toda la superficie de medición. A este respecto, sin embargo, la distancia debe seleccionarse la menor posible. A continuación, se evalúa digitalmente el número de
 5 poros con un tamaño de 1 µm a 200 µm en la superficie de medición fotografiada de la lámina de aleación de aluminio mediante un software de análisis de imágenes.

Como ya se ha descrito, los microporos con un tamaño de poro de 1 µm y más también pueden medirse con este método de examen. Los resultados mostraron que los poros con un tamaño inferior a 20 µm, en particular inferior a 5
 10 µm, pueden perjudicar significativamente las propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio. La razón de esto se ve en la aparición localizada, en forma de población, de microporos con alta densidad de poros. Por lo tanto, puede haber una pluralidad de microporos en zonas estrechamente definidas de la lámina de aleación de aluminio, lo que reduce fuertemente de manera local las propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio. Sin embargo, las láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención con un número de poros máximo por
 15 dm² de como máximo 12, como máximo 8 o como máximo 6 de poros con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm presentan propiedades de barrera especialmente buenas, ya que éstas no presentan zonas con alta densidad de microporos.

Se ha descubierto que para proporcionar la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención deben tomarse precauciones en toda la cadena de producción de la lámina de aleación de aluminio para mantener bajo el número de
 20 poros con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm. Por ejemplo, ya durante la producción de la aleación de aluminio para la lámina de aleación de aluminio, la masa fundida puede filtrarse antes y/o durante la colada del lingote de laminación y pasarse a través de filtros adecuados para mantener las inclusiones no metálicas fuera de la aleación. Lo ideal es que la purificación de la masa fundida comience en el horno. Debido a ello se elimina una parte de las impurezas en una fase temprana ya antes de la fundición y se ahorran costes. En el horno, puede tener lugar una purificación de la masa fundida mediante purga de gas con Ar, N₂, mediante tratamiento con sal y decantación. Estas medidas suelen combinarse para lograr una purificación eficaz de la masa fundida. Debido a ello se eliminan por regla
 25 general carburos, óxidos y metales alcalinos. Las impurezas se transportan a este respecto a la superficie de la masa fundida con ayuda de burbujas de gas y se absorben por la escoria. Tras un tiempo de asentamiento, se raspan las impurezas acumuladas. Durante la colada, pueden utilizarse procedimientos de purificación en línea, tal como por ejemplo desgasificadores y filtros, en el trayecto del horno a las coquillas. Los desgasificadores funcionan con un gas de purga, por ejemplo los gases de purga mencionados anteriormente Ar, N₂. Por un lado, sirven para reducir el contenido de hidrógeno en la masa fundida. Por otro lado, los gases de lavado también tienen efectos adicionales de filtración/flotación que pueden eliminar inclusiones similares a partículas o pieles de óxido, por ejemplo. Los gases de purga se introducen generalmente a través de rotores para generar finas burbujas de gas y mejorar adicionalmente
 30 debido a ello el efecto de desgasificación y filtrado. Los desgasificadores pueden estar equipados con más de una cámara de tratamiento, de modo que se puede utilizar una conexión en serie de varios desgasificadores en una unidad. A la salida de estos desgasificadores con varias cámaras de tratamiento, se puede prever una cámara para que la masa fundida sobresalga, en la que las burbujas e inclusiones restantes puedan migrar a la superficie de la banda y, de este modo, ser descarguen de la masa fundida.
 40

Para purificar aún más la masa fundida pueden servir filtros que utilizan diversos mecanismos de filtración. Como filtros se utilizan filtros cerámicos de espuma, por ejemplo, filtros de placa cerámicos de espuma de CFF, filtros de lecho profundo. Por ejemplo, una planta de fundición con un horno para 70 toneladas entre el horno y la planta de fundición puede equiparse con un desgasificador en línea del tipo de filtro SIR y un desgasificador de la empresa HYCAST para un rendimiento de 50 t/h, así como un filtro de placa cerámica de espuma de CFF aguas abajo con un tamaño de poro más fino de 40 ppi ("poros por pulgada"). La placa filtrante cerámica de espuma de CFF, por ejemplo, se utiliza a este respecto como filtro desechable y se sustituye después de cada colada. Como alternativa, se puede utilizar un filtro de lecho profundo, también conocido como filtro de lecho apilado. El medio filtrante consiste a este respecto en apilamientos alternas de esferas y esferas rotas de alúmina tabular con un diámetro de hasta aprox. 20 mm, por ejemplo, que se colocan en capas en una caja filtrante de aprox. 2 × 3 m.
 45
 50

En la colada DC, la homogeneización del lingote de laminación fundido a las temperaturas y duraciones previstas para los tipos de aleación específicos conduce adicionalmente a una reducción de las fases de colada gruesas en el lingote de laminación, por ejemplo las fases de colada gruesas de Al₃Fe, y por tanto a la evitación de partículas correspondientemente quebradizas en las láminas de aleación de aluminio laminadas muy finas.
 55

En el proceso de colada continua de bandas (colada CC), por ejemplo utilizando una colada de doble rodillo (TRC), el metal fundido se alimenta a rodillos refrigerados por agua, por ejemplo, donde se solidifica. La banda solidificada se lamina posteriormente entonces a continuación de manera inmediata. La masa fundida recorre las mismas etapas de purificación en el horno que en el caso de la fundición DC. Debido a ello se eliminan fases extrañas de material como carburos y óxidos. A diferencia de la fundición DC, las bandas producidas en la fundición CC tienden a formar las denominadas segregaciones centrales, que están presentes o bien en forma de fases intermetálicas gruesas, por ejemplo fases de AlFe en el caso de las aleaciones de AlFeSi, o bien en forma de enriquecimientos de otros elementos de aleación. La composición de los precipitados depende de la composición respectiva de la aleación y de los parámetros seleccionados del proceso de fundición. La composición de la aleación de AlFeSi influye, por ejemplo, en
 60
 65

la amplitud del intervalo de temperatura a la que se solidifica la masa fundida, que se denomina también intervalo de solidificación. Cuanto más amplio sea el intervalo de solidificación, mayor será la tendencia a formar segregaciones centrales. Para contrarrestar la formación de segregaciones, se reduce, por ejemplo, la velocidad de colada y se aumenta al mismo tiempo la capacidad de enfriamiento. La velocidad de colada en el proceso TRC, por ejemplo, varía entre 1000 y 2500 mm/min. La capacidad de enfriamiento depende del diámetro exterior de los rodillos. Cuanto mayor sea el diámetro exterior, mayor será la capacidad de enfriamiento. Para una aleación AA8xxx con un intervalo de solidificación de 30 K, por ejemplo, se puede seleccionar una velocidad de colada de 1000 a como máximo 1500 mm/min con un diámetro de rodillo de aproximadamente 600 mm. Para aleaciones de aluminio más puras, tal como por ejemplo el tipo AA1050 o AA1070, es ventajosa por el contrario una velocidad de colada más alta de 2000 a 2500 mm/min con un diámetro de rodillo de aproximadamente 900 mm, para contrarrestar las segregaciones centrales.

Tras el laminado, tiene lugar un desengrasado mediante un proceso de recocido para la facilitación del estado de material H2x y O. En este caso se reconoció que el proceso de desengrasado mediante recocido de la lámina de aleación de aluminio laminada puede tener una gran influencia en la presencia de poros con un tamaño de poro de 1 µm a 20 µm. Sorprendentemente, la formación de microporos pudo reducirse significativamente reduciendo la temperatura de recocido a como máximo 245 °C y, al mismo tiempo, prolongando el tiempo de recocido y teniendo en cuenta una fase especial de enfriamiento de como máximo 3 h a 100 °C.

De acuerdo con otra configuración de la invención, la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención se caracteriza por que la lámina de aleación de aluminio presenta un espesor de capa de óxido de 3 a 6 nm medido a lo largo de toda la anchura de la lámina de aleación de aluminio, en donde el espesor de capa de óxido de la lámina de aleación de aluminio en la zona de borde de la lámina de aleación de aluminio es mayor en como máximo el 30 % que en el centro de la lámina de aleación de aluminio. El espesor de capa de óxido no sólo es especialmente fino, de 3 a 6 nm, sino que además es homogéneo en toda la anchura de la lámina de aleación de aluminio y sólo aumenta ligeramente hacia los bordes. La razón de esta propiedad ventajosa de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención se ve en el recocido desengrasante específico con proceso de enfriamiento posterior. De este modo se consiguen propiedades superficiales más uniformes para su uso en un material compuesto multicapa. Por ejemplo, la distribución uniforme del espesor de capa de óxido mantiene las propiedades adhesivas de la lámina especialmente constantes en toda su anchura. El espesor de capa de la capa de óxido de aluminio puede medirse mediante espectroscopia infrarroja ATR (reflexión total atenuada), por ejemplo. Con este procedimiento de medición, el espesor de capa de óxido puede registrarse en todo el espesor con una resolución en el intervalo subnanométrico.

De acuerdo con otra configuración de la lámina de aleación de aluminio, el espesor de capa de óxido asciende a como máximo 5 nm tanto en el lado mate como en el lado brillante de la lámina de aleación de aluminio. El espesor reducido de la capa de óxido debido al proceso de producción conduce a mejores propiedades adhesivas de la superficie de la lámina de aleación de aluminio y, por tanto, a una buena idoneidad de la lámina de aleación de aluminio para un material compuesto multicapa, por ejemplo para medios de envasado, por ejemplo como parte de un envase de bolsa plana.

Si, de acuerdo con una siguiente configuración, la lámina de aleación de aluminio presenta una aleación de aluminio con las siguientes partes constituyentes de aleación en % en peso:

- 0,05 % ≤ Si ≤ 0,30 %,
- 0,7 ≤ Fe ≤ 1,3 %,
- Cu ≤ 0,05 %,
- Mn ≤ 0,05 %,
- Mg ≤ 0,05 %,
- Cr ≤ 0,05 %,
- Zn ≤ 0,10 %,
- Ti ≤ 0,025 %,

el resto Al e impurezas inevitables individualmente del 0,05 % en peso, en total como máximo el 0,15 % en peso, puede proporcionarse una lámina de aleación de aluminio de mayor resistencia y al mismo tiempo rentable.

A pesar de los bajos contenidos de las partes constituyente de aleación, las propiedades en las aleaciones de AlFeSi están decisivamente influenciadas por los elementos en solución y por la fase binaria AlFe y la fase ternaria AlFeSi. Cuando la colada se solidifica, se forma una solución sólida de Al sobresaturada con Si y Fe. Debido a su baja solubilidad, el Fe precipita como compuesto intermetálico Al3Fe y se deposita en los límites de grano de la solución sólida de Al. Esta fase binaria es estable y apenas cambia durante el tratamiento termomecánico posterior. Las fases de AlFe se trituran únicamente en el proceso de laminación bajo el efecto de las fuerzas de laminación. La solubilidad de equilibrio del Fe en el aluminio es baja y se encuentra en como máximo 400 ppm (655 °C). La solubilidad máxima del Si es considerablemente superior y se encuentra en el 1,65 % en peso (577 °C). La resistencia y el alargamiento se ven influidos positivamente por la adición de Si. El silicio forma dispersoides de AlFeSi y contribuye con ello a un aumento de la resistencia debido al endurecimiento de las partículas, así como a un aumento del alargamiento. Los átomos de Si que se encuentran en solución en la matriz de Al contribuyen al endurecimiento de solución sólida. Los precipitados de AlFeSi que contienen silicio representan además centros de formación de núcleos para la

recristalización y, por tanto, mejoran las propiedades de recristalización de la lámina de aleación de aluminio. Sin embargo, al aumentar el contenido de Si, disminuye la solubilidad del hierro y con ello también la contribución a la resistencia del Fe mediante el endurecimiento de solución sólida, de modo que el contenido de Si se limita preferentemente a como máximo el 0,30 % en peso. Para no empeorar la resistencia, el contenido de Si asciende preferentemente a al menos el 0,05 % en peso.

El hierro en solución conduce igualmente a un aumento de la resistencia, con un tamaño de grano fino simultáneo y un aumento de la estabilidad térmica de la lámina de aleación de aluminio, de modo que están contenidos preferentemente al menos el 0,7 % en peso de hierro. Los contenidos de Fe inferiores al 0,7 % en peso reducen la proporción de hierro en la solución y dan lugar a una baja densidad de fase, por lo que se reduce la resistencia de la lámina de aleación de aluminio. Sin embargo, el hierro tiene una solubilidad bastante baja en la matriz de aluminio y forma fases intermetálicas de AlFe durante la solidificación de la colada. Estos precipitados son gruesos y bastante desfavorables para las propiedades mecánicas. Por tanto, el contenido de hierro se limita al 1,3 % en peso.

Debido a la alta solubilidad del Cu, Mn, Mg o Cr en la matriz de aluminio, estos elementos permanecen en gran medida en solución en los límites superiores especificados de como máximo el 0,05 % en peso y contribuyen a la resistencia de la lámina de aleación de aluminio. Si bien pueden utilizarse proporciones en peso excesivas de Cu, Mn, Mg o Cr para aumentar aún más la resistencia, sin embargo también provocan un aumento no deseado de la fuerza de laminación necesaria en el proceso de laminación de lámina. El zinc aumenta igualmente la resistencia, sin embargo también tiene un efecto positivo en el refinamiento de la estructura de grano, por lo que se permite preferentemente como máximo el 0,10 % en peso.

El titanio actúa como refinador del grano y conduce a un ligero aumento de la resistencia así como de la temperatura de recristalización. La lámina de aleación de aluminio contiene como máximo el 0,025 % en peso de titanio para el ajuste de buenas propiedades de fundición con una estructura de grano fino, sin embargo al mismo tiempo buena capacidad de recristalización de la lámina de aleación de aluminio.

De acuerdo con una variante preferida, la aleación de aluminio de la lámina de aleación de aluminio presenta al menos una de las siguientes limitaciones de las partes constituyentes de aleación en % en peso:

$0,8 \% \leq Fe \leq 1,15 \%$,
 $Cu \leq 0,05 \%$,
 $0,01 \% \leq Mn \leq 0,04 \%$, preferentemente $0,015 \% \leq Mn \leq 0,035 \%$, de manera especialmente preferente $0,018 \% \leq Mn \leq 0,025 \%$,
 $Mg \leq 0,01 \%$, preferentemente $Mg \leq 0,005 \%$, de manera especialmente preferente $Mg \leq 0,0035 \%$,
 $Cr \leq 0,02 \%$,
 $Zn \leq 0,07 \%$ y/o
 $0,005 \% \leq Ti \leq 0,025 \%$.

Como se ha explicado en la sección anterior, las proporciones en peso de Si y Fe se seleccionan de tal manera que en el proceso de producción adaptado a los requisitos del producto de lámina pueda ajustarse un estado óptimo de la solución de Fe con una densidad óptima de las fases AlFe, AlFeSi y, por tanto, los valores característicos óptimos de resistencia. A partir de un contenido de Fe preferente del 0,8 % en peso, la resistencia y la estabilidad térmica de la lámina de aleación de aluminio vuelven a aumentar. Además se contrarresta el engrosamiento de la estructura de grano. Superar el 1,15 % en peso de Fe conduce a una mayor densidad de fases intermetálicas de fundición de AlFe y con ello a una reducción del alargamiento y a un deterioro de la porosidad.

Preferentemente, el contenido de manganeso de la aleación de aluminio en % en peso asciende al $0,01 \% \leq Mn \leq 0,04 \%$, preferentemente $0,015 \% \leq Mn \leq 0,035 \%$, de manera especialmente preferente $0,018 \% \leq Mn \leq 0,025 \%$. Si el contenido de Mn es inferior al 0,01 % en peso, se reduce la resistencia y la estabilidad térmica de la lámina de aleación de aluminio. Sin embargo, con contenidos superiores a 400 ppm de manganeso, la fuerza de laminación durante la laminación de lámina aumenta y con ello los costes del proceso. Por lo tanto, se consigue un buen compromiso entre el aumento de la resistencia y los costes de proceso con contenidos del 0,0150 % en peso al 0,035 % en peso, preferentemente del 0,018 % en peso al 0,025 % en peso.

El elemento Mg se caracteriza por una muy buena difusión en la matriz de Al y por lo tanto tiende a acumularse en la superficie de la lámina. Por lo tanto, el contenido de Mg se limita a como máximo el 0,01 % en peso, preferentemente a como máximo el 0,005 % en peso, de manera especialmente preferente a como máximo el 0,0035 % en peso. El cumplimiento de estos valores garantiza que no se produzca la formación indeseable de productos de óxido de magnesio o hidróxido de magnesio debido a la acumulación de Mg en la superficie de la lámina cuando se expone a la temperatura en el proceso del cliente, lo que tiene efectos perjudiciales sobre la adherencia de los revestimientos.

El contenido de Zn se limita preferentemente a como máximo el 0,07 % en peso para reducir las fuerzas de laminación durante la laminación de la lámina.

El Cr y el Ti están contenidos sólo en contenidos bajos en la aleación de aluminio. El contenido de Cr está limitado a

como máximo el 0,02 % en peso. El Cr es fácilmente soluble en la matriz de aluminio e, incluso ya a niveles bajos, provoca un aumento significativo de la fuerza de laminación durante la laminación de la lámina. El Ti se limita a una proporción en peso máxima de 250 ppm, en donde la consideración de un contenido mínimo de al menos 50 ppm de Ti conduce a una mejor colabilidad con buenas propiedades mecánicas al mismo tiempo. Con ello se consigue, por un lado, que los costes adicionales derivados de la adición innecesaria de elementos de aleación y, por otro, la tensión de flujo de la película y con ello también las fuerzas de laminación no superan los límites previstos en el proceso de laminación de la lámina.

De acuerdo con otra configuración de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención, en el estado de material O ésta presenta un límite elástico $R_{p0,2}$ medido transversal, longitudinal o diagonalmente a la dirección de laminación de al menos 55 MPa, preferentemente al menos 58 MPa. Junto con el reducido número máximo de poros por dm^2 , la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención es muy adecuada para su procesamiento para dar materiales compuestos multicapa.

La lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención igualmente presenta una mejora con respecto a la ocupación de C de la lámina de aleación de aluminio, es decir, la cantidad de carbono procedente de los medios de laminación que permanece en la lámina de aleación de aluminio tras el recocido final. De acuerdo con otra configuración de la lámina de aleación de aluminio, la ocupación de C en el centro de la lámina de aleación de aluminio es menor en un 20 % que en las zonas de borde de la lámina de aleación de aluminio. Habitualmente, las diferencias en el ancho de banda entre las zonas de borde y el centro de la lámina de aleación de aluminio son en este caso significativamente mayores. La lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención también presenta propiedades más uniformes, por ejemplo propiedades adhesivas, debido a la ocupación de C más homogénea en toda la anchura de la lámina.

Para determinar la ocupación de C de la lámina de aleación de aluminio, se cortan longitudinalmente tiras de lámina de 5 cm de ancho, del orden de gramos, de la bobina de lámina recocida o del rollo de lámina recocido, se enrollan, se pesan con precisión y se queman a 600 °C en un tubo de cuarzo en una corriente de oxígeno. El CO_2 producido a este respecto a partir del aceite de laminación y sus residuos se registra de manera cuantitativa mediante coulombimetría o con espectroscopia IR. La superficie de la muestra se calcula a partir del peso de la muestra, la densidad y el espesor de lámina. La indicación de la ocupación de C se realiza en mg/m^2 de lámina. Las muestras se toman al menos del centro y de los bordes de la lámina de aleación de aluminio recocida. Por ejemplo, pueden tomarse un total de 5, 7, 9 o más tiras de manera simétrica al centro de la lámina de aleación de aluminio recocida, teniendo en cuenta los bordes, para determinar la distribución de la ocupación de C por la anchura de la lámina de aleación de aluminio.

De acuerdo con otra configuración de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención, ésta presenta una resistencia a la tracción medida transversal, longitudinal y/o diagonalmente a la dirección de laminación en el estado de material H2x u O de al menos 80 MPa. Para conseguir un número máximo bajo de poros, la lámina de aleación de aluminio con la composición antes mencionada se somete a las etapas de producción específicas mencionadas anteriormente, que aumentan la resistencia a la tracción R_m a más de 80 MPa ya en el estado de material H2x, sin embargo en particular en el estado de material O. La mayor resistencia a la tracción permite, por ejemplo, un aumento de la tensión de la banda al procesar la lámina de aleación de aluminio y con ello un procesamiento más rápido de la lámina de aleación de aluminio, por ejemplo al producir un material compuesto multicapa.

Esto también se aplica a la siguiente configuración de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención, de acuerdo con la cual el alargamiento de rotura A_{100mm} de la lámina de aleación de aluminio medido diagonalmente a la dirección de laminación asciende a al menos el 6,2 %, preferentemente a al menos el 6,5 %. Sorprendentemente, el valor de alargamiento de rotura en diagonal a la dirección de laminación permanece casi constante a pesar del aumento de los valores de resistencia a la tracción y valores de límite elástico, y sólo disminuye muy ligeramente en relación con una lámina estándar. Los valores de alargamiento de rotura A_{100mm} mejorados también son ventajosos para el proceso de procesamiento de la lámina de aleación de aluminio, en particular en la producción de materiales compuestos de aluminio con sistemas multicapa y la producción de envases, en particular al embutirlos, doblarlos, plegarlos y sellarlos, ya que mediante esto se reduce el riesgo de que la lámina de aleación de aluminio se rasgue durante el procesamiento.

De acuerdo con una segunda enseñanza de la presente invención, el objetivo mencionado anteriormente se soluciona mediante un procedimiento para producir una lámina de aleación de aluminio debido a que el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- producir una banda de aleación de aluminio para la laminación en frío mediante colada de un lingote de laminación de una aleación de aluminio a partir de una aleación de aluminio AA8xxx o AA8xxx, en donde la masa fundida de aleación de aluminio se filtra antes y/o durante la colada del lingote de laminación, homogeneización del lingote de laminación colado y laminación en caliente del lingote de laminación para dar una banda laminada en caliente colada de manera continua de una banda de colada a partir de una masa fundida de una aleación de aluminio filtrada del tipo AA8xxx o AA8xxx con una laminación en caliente posterior, opcional de la banda de colada,

ES 2 991 692 T3

- laminar en frío la banda de aleación de aluminio hasta un primer espesor intermedio,
- recocer por recristalización la banda de aleación de aluminio laminada en frío con este espesor intermedio,
- laminar en frío la banda de aleación de aluminio hasta un segundo espesor intermedio,
- duplicar la banda de aleación de aluminio y realizar un recocido intermedio,
- 5 - laminar la banda de aleación de aluminio duplicada hasta alcanzar el espesor final de la lámina duplicada,
- separar y enrollar las capas con un espesor final de las capas individuales de como máximo 12, como máximo 9 μm o inferior a 8 μm , en donde opcionalmente se realiza un confeccionamiento de la lámina de aleación de aluminio en varios rollos, y
- 10 - realizar un recocido final de la bobina o de los rollos confeccionados durante al menos 150 h a de 200 a 245 °C, preferentemente como máximo 240 °C o como máximo 235 °C de temperatura del aire del horno, con una fase de enfriamiento final durante al menos 3 h a 100 °C de temperatura del aire del horno.

Se ha comprobado que mediante la combinación de las características de procedimiento mencionadas, empezando por la colada de un lingote de laminación o la colada de una banda de colada de una aleación de aluminio filtrada a partir de una aleación de aluminio AAlxxx o A8xxx hasta la realización del recocido de desengrasado en forma de un recocido final durante al menos 150 horas a temperatura del aire del horno de 200 a 245 °C con una fase de enfriamiento final durante al menos 7 horas a una temperatura del aire del horno de 100 °C, se pueden conseguir propiedades especialmente ventajosas de la lámina de aleación de aluminio en el estado de material H2x u O. Además de las propiedades ventajosas con respecto al espesor de capa de óxido de la lámina de aleación de aluminio y su ocupación de C con carbono, el número máximo de poros por dm^2 con un tamaño de poro de 1 μm a 200 μm de la lámina de aleación de aluminio podría reducirse significativamente y, de este modo, las propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio producida podrían estabilizarse de una manera segura para el proceso. Se ha comprobado que si se mantiene el intervalo de temperatura requerido durante el proceso de recocido y la fase de enfriamiento, hay un número significativamente menor o nulo de microporos con un tamaño inferior a 5 μm en la lámina de aleación de aluminio. Las temperaturas más bajas, de como máximo 240 °C o como máximo 235 °C, por ejemplo, mostraron un número máximo de poros por dm^2 aún menor. La fase de enfriamiento de al menos 3 h, preferentemente 7 h a 100 °C provoca "un suave" enfriamiento del rollo ya en el horno, de modo que todas las capas del rollo de lámina alcancen la temperatura de aprox. 100 °C. El largo tiempo de mantenimiento de al menos 3 h, preferentemente al menos 7 h, garantiza que el gradiente de temperatura dentro del rollo sea lo más pequeño posible antes de que el rollo salga del horno. Debido a ello se evita que las capas de lámina se deformen durante el enfriamiento final al aire. Además, la superficie de la lámina se activa químicamente a de 200 °C a como máximo 245 °C una vez finalizado el recocido. Mediante el enfriamiento controlado hasta 100 °C se evita una fuerte oxidación de la superficie de la lámina con aire húmedo y, por lo tanto, se evita la formación de productos de oxidación no deseados en la superficie de la lámina, que pueden provocar, por ejemplo, que las capas del rollo de película se peguen entre sí. Como resultado, se pueden garantizar unas mejores propiedades de desenrollado de la lámina de aleación de aluminio.

En la colada en banda, la velocidad de colada debe ajustarse al intervalo de solidificación. La velocidad de colada, por ejemplo cuando se utiliza un proceso de colada de doble rodillo, varía entre 1000 y 2500 mm/min. El diámetro exterior de los rodillos influye en la capacidad de enfriamiento, en donde un diámetro exterior mayor puede proporcionar una mayor capacidad de enfriamiento. Para una aleación AA8xxx con un intervalo de solidificación de 30 K, por ejemplo, se puede seleccionar una velocidad de colada de 1000 a como máximo 1500 mm/min con un diámetro de rodillo de aproximadamente 600 mm. En cambio, para aleaciones AA1050 o AA1070 más puras, se selecciona una velocidad de colada más alta, de 2000 a 2500 mm/min, para un diámetro de rodillo de 900 mm, por ejemplo. Mediante esto puede evitarse la formación de segregaciones centrales. Al mismo tiempo, esto también reduce significativamente la formación de poros en la lámina de aleación de aluminio.

Si, de acuerdo con otra configuración del procedimiento de acuerdo con la invención, la aleación de aluminio presenta las siguientes partes constituyentes de aleación en % en peso:

- 50 0,05 % \leq Si \leq 0,30 %,
0,7 % \leq Fe \leq 1,3 %,
Cu \leq 0,05 %,
Mn \leq 0,05 %,
55 Mg \leq 0,05 %,
Cr \leq 0,05 %,
Zn: \leq 0,10 %,
Ti: \leq 0,025 %,

60 el resto Al e impurezas inevitables individualmente como máximo el 0,05 % en peso, en total como máximo el 0,15 % en peso y se realiza

- el recocido por recristalización de la banda laminada en frío a una temperatura del aire del horno de 450 °C a 550 °C durante al menos 5 h y
- 65 - el recocido intermedio después de duplicar la banda a una temperatura del aire del horno de 240 °C a 320 °C durante 0,5 h, puede producirse una lámina de aleación de aluminio con un espesor de, por ejemplo, 6,3 μm con

valores de límite elástico $R_{p0,2}$ medidos transversal, longitudinal o diagonalmente a la dirección de laminación de al menos 55 MPa, preferentemente al menos 58 MPa en el estado de material O. El aumento de los valores del límite elástico mejora la manipulación de la lámina de aleación de aluminio recocida blanda durante el procesamiento posterior de la lámina de aleación de aluminio, por ejemplo en un material compuesto multicapa. En cuanto a los efectos de las distintas partes constituyentes de la aleación se remite a las realizaciones con respecto a la lámina de aleación de aluminio.

De acuerdo con otra configuración del procedimiento, la aleación de aluminio presenta al menos una de las siguientes limitaciones de las partes constituyentes de aleación en % en peso:

$0,8 \% \leq \text{Fe} \leq 1,15 \%$,
 $\text{Cu} \leq 0,05 \%$,
 $0,01 \% \leq \text{Mn} \leq 0,04 \%$, preferentemente $0,015 \% \leq \text{Mn} \leq 0,035 \%$, de manera especialmente preferente $0,018 \% \leq \text{Mn} \leq 0,025 \%$,
 $\text{Mg} \leq 0,01 \%$, preferentemente $\text{Mg} \leq 0,005 \%$, de manera especialmente preferente $\text{Mg} \leq 0,0035 \%$,
 $\text{Cr} \leq 0,02 \%$,
 $\text{Zn} \leq 0,07 \%$ y/o
 $0,005 \% \leq \text{Ti} \leq 0,025 \%$.

Con respecto a los efectos técnicos de las limitaciones preferidas de las partes constituyentes de aleación de aluminio, se hace referencia a las realizaciones con respecto a la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención. En el procedimiento para la producción de la lámina de aleación de aluminio, a este respecto la atención se centra no sólo en las propiedades mecánicas, sino también en las fuerzas de laminación y un número máximo de poros por dm^2 lo más bajo posible.

Todas las propiedades mecánicas mencionadas, como la resistencia a la tracción R_m , el límite elástico $R_{p0,2}$ o el alargamiento de rotura $A_{100\text{mm}}$, se miden de acuerdo con la norma DIN EN 546-2. En el caso de los valores de alargamiento de rotura se trata exclusivamente de valores $A_{100\text{mm}}$.

Además de colar una aleación de lámina de aleación de aluminio filtrada, es ventajoso, de acuerdo con otra configuración, homogeneizar el lingote de laminación a de $420 \text{ }^\circ\text{C}$ a $600 \text{ }^\circ\text{C}$ durante al menos 7 horas. Durante la homogeneización, el lingote fundido frío se lleva ya a una temperatura cercana al punto de fusión para reducir o eliminar microsegregaciones que se han producido durante la solidificación del lingote. Durante la homogeneización, las fases inestables también se disuelven y se convierten en fases estables. Tras el precalentamiento previo a la homogeneización, las fases finas se separan en forma de dispersoides al enfriar de nuevo el lingote. Con ello, la homogeneización conduce al ajuste de una estructura homogénea con la menor proporción posible de microsegregación y una estructura de precipitación favorable para la capacidad de laminación y las propiedades del producto final.

También se ha comprobado que es ventajoso si, de acuerdo con otra configuración, el lingote de laminación se lamina en caliente hasta un espesor final de laminación en caliente de 2 mm a 4 mm durante la laminación en caliente y la temperatura final de la banda laminada en caliente asciende a entre $300 \text{ }^\circ\text{C}$ y $350 \text{ }^\circ\text{C}$ después de enrollar la banda laminada en caliente. Mediante esto se consigue que la banda laminada en caliente recristalice estáticamente tras el enrollado y se permiten con ello máximos grados de laminación en la primera laminación en frío. Esto, a su vez, influye positivamente en la recristalización durante el primer recocido intermedio, ya que la energía de recristalización se reduce debido a la alta solidificación provocada por la laminación en frío con altos grados de laminación.

Se pueden conseguir propiedades positivas adicionales debido a que se realiza el recocido final durante al menos 150 horas a una temperatura de $200 \text{ }^\circ\text{C}$ a $225 \text{ }^\circ\text{C}$ de acuerdo con otra configuración del procedimiento. En particular, la aparición de microporos del orden de menos de $20 \text{ }\mu\text{m}$, en particular de microporos con un tamaño de $1 \text{ }\mu\text{m}$ a $5 \text{ }\mu\text{m}$, se limita aún más reduciendo la temperatura límite superior a $225 \text{ }^\circ\text{C}$ y con ello se garantizan las propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio para su uso en materiales compuestos multicapa, por ejemplo en el sector de los envases de material compuesto, a través del proceso de producción.

Finalmente, el uso de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención o la lámina de aleación de aluminio producida con el procedimiento de acuerdo con la invención en materiales compuestos multicapa, que se utilizan principalmente en el sector del envasado, es especialmente ventajoso. Además pueden usarse ventajosamente correspondientes láminas de aleación de aluminio también en caso de envases que se van a doblar, plegar, arrugar, embutir o estirar, ya que en este caso las muy buenas propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio proporcionan una mejor protección para los productos envasados con ella.

Los envases de cartón, en particular los envases de cartón esterilizables que presentan un material compuesto multicapa con una capa de aluminio, se benefician de las muy buenas propiedades de barrera de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la invención.

A continuación, la invención se explicará con más detalle por medio de ejemplos de realización junto con el dibujo. En

el dibujo muestra:

- Figura 1a una imagen de MEB de un poro de laminación de una lámina, que se registra con la norma DIN EN 546-4,
- Figura 1b una imagen de MEB de una sección metalográfica de un paquete cargado con microporos de láminas de aleación de aluminio,
- Figura 2 una vista en sección esquemática de un dispositivo para medir el número máximo de poros por 1 dm² por la anchura de la lámina,
- Figura 3 una vista superior esquemática de las superficies de medición para determinar el número máximo de poros por dm² y
- Figura 4a), b), c) fotografías digitales de muestras de lámina de acuerdo con la invención y no de acuerdo con la invención.

En la figura 1a se muestra en primer lugar una imagen de MEB de una lámina de aleación de aluminio en el estado de material O con un espesor de 6 µm, que presenta un poro de laminación con un diámetro de aproximadamente 30 µm. La norma DIN EN 546-4 hasta ahora conocida registra correspondientes poros en láminas de aleación de aluminio, ya que de acuerdo con esta norma deben tenerse en cuenta los poros con un tamaño de 20 µm en adelante hasta 200 µm.

La figura 1b, por otro lado, muestra una imagen de MEB cargada con microporos de una micrografía de un paquete de láminas preparado utilizando un pulidor de sección transversal (CSP). La lámina central muestra una introducción por embutición de aproximadamente 1 µm y un canal microporoso. Se supone que los microporos son estructuras tridimensionales que crean una conexión de un lado de la lámina a otro lado de la lámina que no siempre discurre en línea recta.

Es fácil imaginar que un elevado número de microporos con un tamaño muy inferior a 20 µm, por ejemplo de 1 a 5 µm, también puede provocar que el efecto barrera de la lámina de aleación de aluminio se vea negativamente perjudicado. Por lo tanto, las láminas de aleación de aluminio, que presentan un bajo número de poros por dm² de acuerdo con la norma DIN EN 546-6, no tienen necesariamente un efecto de barrera muy bueno. Esto se aplica a todos los tipos de aleación de aluminio mencionados en este caso, es decir, a las aleaciones de tipo AAxxxx o AA8xxx.

Las láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención a partir de los tipos de aleación de aluminio AA8xxx y AAxxxx mencionados anteriormente con un espesor de como máximo 12 µm, como máximo 9 µm o inferior a 8 µm, por otra parte, presentan un número máximo de poros con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm de como máximo 12 por dm², como máximo 8 o como máximo 6 por dm² en el estado de material H2x u O. Por lo tanto se consideran también poros que presentan un tamaño de 1 µm a 20 µm, que no se tienen en cuenta de acuerdo con la norma DIN EN 546-6. Debido a que las láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención presentan un número máximo de poros especialmente bajo con un tamaño de poro de 1 µm a 200 µm, y con ello también los poros más pequeños a partir de un tamaño de poro de 1 µm, pueden proporcionarse propiedades de barrera mejoradas de la lámina de aleación de aluminio.

En la figura 2 se muestra una vista en sección esquemática de un dispositivo para medir el número máximo de poros por dm² en toda la anchura de la lámina. Puede distinguirse en la figura 2 la lámina de aleación de aluminio 1, una fuente de luz 2, por ejemplo un retroproyector, y una cámara fotográfica 3, que debe fotografiar la superficie de medición 3A para su evaluación. El dispositivo debe colocarse en una habitación a oscuras para que ninguna luz parásita interfiera en la medición. La intensidad de iluminación residual en la sala oscurecida asciende preferentemente a menos de 0,25 Lux. La lámina de aleación de aluminio 1 se fija en la zona de medición mediante un bastidor 5, que rodea completamente la superficie de medición, de modo que la lámina de aleación de aluminio 1 se coloca lo más uniformemente posible en la superficie de medición 3A.

La fuente de luz 2 ilumina la lámina de aleación de aluminio 1 a través de una placa de vidrio transparente, que no se muestra en la figura 2. Sin embargo, la extensión de la fuente de luz 2 indica que la iluminación de la lámina de aleación de aluminio 1 debe realizarse lo más homogéneamente posible desde abajo. La distancia de la cámara 3 debe seleccionarse en función del tamaño de la superficie de medición a registrar y del objetivo utilizado. A este respecto, debe seleccionarse un objetivo con la menor distancia focal posible para poder minimizar la distancia para captar la superficie de medición con la mejor resolución posible.

La fuente de luz 2 está completamente oscurecida por la lámina de aleación de aluminio y el marco 5, de modo que únicamente puede llegar a la cámara la luz que ha atravesado los poros de la lámina de aleación de aluminio 1 dentro de la superficie de medición 3A. La lámina de aleación de aluminio 1 se divide en preferentemente al menos tres o al menos cinco superficies de medición a lo largo de toda la anchura 4 y, de este modo, toda la anchura de la lámina se registra con la medición. Dado que las láminas de aleación de aluminio se confeccionan a menudo a anchuras

específicas en los denominados rollos tras el laminado de la lámina y a continuación se someten a recocido, la anchura 4 de la lámina de aleación de aluminio 1 se refiere a la anchura del rollo de lámina o, sin confeccionar, a toda la anchura de la bobina de lámina. La división en diferentes superficies de medición 3A, preferentemente al menos cinco superficies de medición 3A a lo largo de toda la anchura de la lámina de aleación de aluminio, permite también el registro de poblaciones de poros que se producen localmente con tamaños de 1 μm a 20 μm . Estos poros no se tienen en cuenta en la medición de la porosidad conocida de acuerdo con la norma DIN EN 546-4.

Para las láminas medidas a continuación se utilizó la siguiente configuración de ensayo: La fuente de luz era un retroproyector de la empresa Andreas + Kern con una lámpara halógena óptica de 36 V y 400 W con un flujo luminoso de hasta 6000 lúmenes. La película que se iba a analizar se colocó en el proyector y se fijó sobre un marco metálico de un tamaño definido, de modo que la película quedaba plana sobre el proyector y sellada en los laterales. La cámara utilizada fue una Sony Alpha 6000 de 6000 \times 4000 píxeles con un objetivo del tipo Minolta MD Rokkor 50 mm f1,4. Para las imágenes se utilizó un valor de apertura de 2 con un valor ISO de 800 y un tiempo de exposición de 30 segundos. La distancia del sensor de la cámara a la película ascendía a 700 mm. Se utilizó el software Image Analyzer para analizar las imágenes. Como muestra la figura 4, las superficies de medición 3A se dispusieron una al lado de la otra sin espacios en toda la anchura 4 perpendicular a la dirección longitudinal 7 de la lámina de aleación de aluminio 1, de modo que se mide toda la anchura de la lámina de aleación de aluminio 1. El tamaño de la superficie de medición ascendía a 183 mm \times 276 mm y con ello a 5,0508 dm². A partir de la superficie de medición con el mayor número de poros, se determinó mediante software el número de poros con un tamaño de 1 μm a 200 μm y se normalizó a 1 dm² dividiendo el número medido de poros en la peor superficie de medición por la superficie total de la superficie de medición en dm². El resultado se redondeó a un número entero. Con este método de medición pueden detectarse y contarse sobre todo los poros más pequeños que se producen localmente, con un tamaño inferior a 20 μm , en particular de 5 μm a 1 μm .

Como ejemplo de realización A, una aleación de aluminio con una composición de aleación de acuerdo con la Tabla 1 se fundió en un lingote de laminación. La masa fundida de aleación de aluminio se trató a este respecto con gases de purga antes y/o durante la colada del lingote de laminación y se filtró mediante desgasificadores y un filtro de lecho profundo. Como se ha explicado anteriormente, esta filtración sirve para evitar impurezas no metálicas de la masa fundida en el posterior lingote de laminación. A continuación, el lingote laminado se sometió a homogeneización, que se llevó a cabo durante al menos 5 horas en el intervalo de temperaturas de 420-600 °C para esta aleación de aluminio, con el fin de volver a poner en solución el mayor número posible de fases de fundición.

A continuación, el lingote se laminó en caliente durante la laminación en caliente hasta alcanzar un espesor final de laminación en caliente de 2 mm a 4 mm y se enrolló para dar una banda laminada en caliente con una temperatura final de banda laminada en caliente entre 300 °C y 350 °C. La banda laminada en caliente se laminó en frío en varias pasadas de laminación en frío hasta un espesor intermedio de, por ejemplo, 0,60 mm a como máximo 0,80 mm. A continuación se realizó un recocido de recristalización a una temperatura del aire del horno de 450 °C a 550 °C durante al menos 5 horas. La banda de aluminio recristalizada de este modo se sometió a otras etapas de laminación en frío hasta alcanzar un segundo espesor intermedio de entre 11 μm y 20 μm y se duplicó para la laminación de la lámina. Tras la duplicación se realizó un recocido intermedio durante media hora a una temperatura del aire del horno de 240 °C a 320 °C. A continuación, se realizó la laminación de la lámina de la banda duplicada.

Tras separar las capas de lámina, la bobina se realizó una confección opcional de la bobina en rollos. La lámina de aleación de aluminio presentaba un espesor final de como máximo 12 μm , como máximo 9 μm o inferior a 8 μm . En el ejemplo de realización, se consiguió un espesor de 6,3 μm de la lámina de aleación de aluminio. Después de la confección opcional, es decir, después de cortar la lámina a la anchura del rollo y de enrollar los rollos, éstos se sometieron a un recocido final a una temperatura del aire del horno de 200 °C a 245 °C durante al menos 150 horas, con una fase de enfriamiento de al menos 3 horas a una temperatura del aire del horno de 100 °C. A diferencia del ejemplo de realización A de acuerdo con la invención, el ejemplo comparativo B se sometió a recocido a una temperatura de 330 °C durante 50 horas y a continuación se enfrió a temperatura ambiente.

En la tabla 2, se muestran en primer lugar los valores característicos mecánicos de la lámina de aleación de aluminio de acuerdo con la norma DIN EN 546-2 de las dos variantes A y B. Sorprendentemente, se observó que la aleación de aluminio A de acuerdo con la invención, con valores de límite elástico $R_{p0,2}$ y de resistencia a la tracción R_m más elevados, presentaba valores de alargamiento de rotura $A_{100\text{ mm}}$ medidos diagonalmente a la dirección de laminación similares a los de la variante B recocida a alta temperatura. Por el contrario, la variante de comparación B mostró valores de límite elástico $R_{p0,2}$ y valores de resistencia a la tracción R_m significativamente inferiores.

La medición de la distribución del espesor de capa de óxido por la anchura de la lámina de aleación de aluminio también mostró que la variante A de acuerdo con la invención presenta una distribución más homogénea del espesor de capa de óxido por la anchura del rollo que la variante B no de acuerdo con la invención.

Las variantes de producción A y B se analizaron ahora en relación con el número máximo de poros por dm² de acuerdo con la presente invención. Al mismo tiempo, se produjeron otras láminas de aleación de aluminio a partir de la aleación 1 y se sometieron a recocido final con diferentes procedimientos. Las mediciones con el dispositivo descrito en la figura 2 mostraron que las temperaturas del aire del horno de hasta 245 °C durante 150 horas con una fase de enfriamiento

a 100 °C de temperatura del aire del horno durante 7 horas no influyeron mucho en el número máximo de poros por dm². Como número máximo de poros pudo medirse 10 por dm².

5 A partir de una temperatura de 260 °C durante 100 horas o 280 °C durante 100 horas, y en particular a 330 °C de temperatura del aire del horno durante 50 horas sin fase de enfriamiento, los valores del número máximo de poros con un tamaño de 1 µm a 200 µm aumentaron significativamente. Esto también queda ilustrado por la foto mostrada en la figura 4a) de una lámina de aleación de aluminio no de acuerdo con la invención recocida de acuerdo con la variante B. En comparación con las variantes de figura 4b) y 4c) recocidas de acuerdo con la invención, pueden distinguirse muchos poros muy pequeños, que presentan un tamaño inferior a 20 µm. Las láminas de aleación de aluminio de la figura 4b) y c) se sometieron a recocido a 245 °C o bien 220 °C de temperatura del aire del horno durante 150 h con una fase de enfriamiento a 100 °C de temperatura del aire del horno durante 7 h. Como puede distinguirse en las figuras 4b) y 4c), las láminas de aleación de aluminio de acuerdo con la invención no mostraban poblaciones de microporos y, por tanto, una propiedad de barrera significativamente mejorada.

15 Tabla 1 Composición de la aleación en % en peso, resto Al,

Aleación		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ni
1	De acuerdo con la invención	0,074	0,88	0,002	0,019	0,002	0,0007	0,005	0,005	0.004

Tabla 2 Valores característicos mecánicos según la norma DIN EN 546-2, estado O

Var.	Recocido final [h] @ [°C]	Rp0,2 [MPa]			Rm [MPa]			A _{100mm} [%]
		l	q	d	L	Q	d	D
A	150 @ 220 + 7 @ 100	61	60	59	84	82	80	6,7
B	50 @ 330	43	42	41	74	69	70	7,4

Tabla 3 Espesor de la capa de óxido en [nm], estado O

Var.	Espesor de la capa de óxido lado brillante [nm]			Elevación de borde frente al centro	Espesor de la capa de óxido lado mate [nm]			Elevación de borde frente al centro
	Borde	Centro	Borde		Borde	Centro	Borde	
A	4,0	3,6	4,0	11 %	3,2	2,7	3,2	18,5 %
B	5,5	2,9	5,5	89 %	4,5	2,3	4,6	97,8 %

20

Tabla 4: Número máximo de poros

Var		Recocido final [h] @ [°C]	Número máximo de poros por dm ² [poros/dm ²]
A	De acuerdo con la invención	150 @ 220 + 7 @ 100	6
B	Comparación	50 @ 330	673
C	De acuerdo con la invención	150 @245 + 7@ 100	10
E	Comparación	100 @ 260	31
F	Comparación	100 @ 280	380

REIVINDICACIONES

1. Lámina de aleación de aluminio con un espesor de como máximo 12 μm , como máximo 9 μm o inferior a 8 μm , en donde la lámina de aleación de aluminio presenta una aleación de aluminio AA1xxx o AA8xxx en el estado de material H2x u O, **caracterizada por que**
- 5 la lámina de aleación de aluminio presenta un número máximo de poros con un tamaño de poro de 1 μm a 200 μm de como máximo 12 por dm^2 , como máximo 8 por dm^2 o como máximo 6 por dm^2 , en donde el número de poros se mide de acuerdo con la descripción.
- 10 2. Lámina de aleación de aluminio según la reivindicación 1, **caracterizada por que**
- la lámina de aleación de aluminio presenta un espesor de capa de óxido de 3 a 6 nm medido a lo largo de toda la anchura de la lámina de aleación de aluminio, en donde el espesor de capa de óxido de la lámina de aleación de aluminio en la zona de borde de la lámina de aleación de aluminio es mayor en como máximo el 30 % que en el centro de la lámina de aleación de aluminio.
- 15 3. Lámina de aleación de aluminio según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada por que**
- el espesor de capa de óxido asciende a como máximo 5 nm tanto en el lado mate como en el lado brillante de la lámina de aleación de aluminio.
- 20 4. Lámina de aleación de aluminio según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada por que**
- la lámina de aleación de aluminio presenta una aleación de aluminio con las siguientes partes constituyentes de aleación en % en peso:
- 25
- 0,05 % \leq Si \leq 0,30 %,
 Fe: 0,7 \leq Fe \leq 1,3 %,
 Cu \leq 0,05 %,
 30 Mn \leq 0,05 %,
 Mg \leq 0,05 %,
 Cr \leq 0,05 %,
 Zn \leq 0,10 %,
 Ti \leq 0,025 %,
 35 el resto Al e impurezas inevitables individualmente como máximo del 0,05 % en peso, en total como máximo del 0,15 % en peso.
5. Lámina de aleación de aluminio según la reivindicación 4, **caracterizada por que**
- 40 la aleación de aluminio de la lámina de aleación de aluminio presenta al menos una de las limitaciones adicionales de las partes constituyentes de aleación en % en peso:
- 0,05 % \leq Si \leq 0,30 %,
 0,8 \leq Fe \leq 1,15 %,
 45 Cu \leq 0,05 %,
 0,01 % \leq Mn \leq 0,04 %, preferentemente 0,015 % \leq Mn \leq 0,035 %, de manera especialmente preferente 0,018 % \leq Mn \leq 0,025 %,
 Mg \leq 0,01 %, preferentemente Mg \leq 0,005 %, de manera especialmente preferente Mg \leq 0,0035 %,
 Cr \leq 0,02 %,
 50 Zn \leq 0,07 % y/o
 0,005 % \leq Ti \leq 0,025 %.
6. Lámina de aleación de aluminio según la reivindicación 4 o 5, **caracterizada por que**
- 55 la lámina de aleación de aluminio en el estado de material O presenta un límite elástico Rp0,2 según la norma DIN EN 546-2 medido transversal, longitudinal o diagonalmente a la dirección de laminación de al menos 55 MPa, preferentemente al menos 58 MPa.
7. Lámina de aleación de aluminio según una de las reivindicaciones 3 o 4, **caracterizada por que**
- 60 la lámina de aleación de aluminio presenta una resistencia a la tracción Rm según la norma DIN EN 546-2 medida transversal, longitudinal y/o diagonalmente a la dirección de laminación en el estado de material H2x u O de al menos 80 MPa.
- 65 8. Lámina de aleación de aluminio según una de las reivindicaciones 3 a 5, **caracterizada por que**

el alargamiento de rotura A_{100mm} según la norma DIN EN 546-2 de la lámina de aleación de aluminio medido diagonalmente a la dirección de laminación asciende a al menos el 6,2 %, preferentemente a al menos el 6,5 %.

5 9. Procedimiento para la producción de una lámina de aleación de aluminio según la reivindicación 1 a 8, en donde el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 10 - producir una banda de aleación de aluminio para la laminación en frío mediante colada de un lingote de laminación de una aleación de aluminio a partir de una aleación de aluminio AA1xxx o AA8xxx, en donde la masa fundida de aleación de aluminio se filtra antes y/o durante la colada del lingote de laminación, homogeneización del lingote de laminación colado y laminación en caliente del lingote de laminación para dar una banda laminada en caliente o colada de manera continua de una banda de colada a partir de una masa fundida de una aleación de aluminio filtrada del tipo AA8xxx o AA1xxx con una laminación en caliente posterior, opcional de la banda de colada,
- 15 - laminar en frío la banda de aleación de aluminio hasta un primer espesor intermedio,
- recocer por recristalización la banda de aleación de aluminio laminada en frío con este espesor intermedio,
- 20 - laminar en frío la banda de aleación de aluminio hasta un segundo espesor intermedio,
- duplicar la banda de aleación de aluminio y realizar un recocido intermedio,
- laminar la banda de aleación de aluminio duplicada hasta alcanzar el espesor final de la lámina duplicada,
- separar y enrollar las capas con un espesor final de las capas individuales de como máximo 12, como máximo 9 μm o inferior a 8 μm , en donde opcionalmente se realiza un confeccionamiento de la lámina de aleación de aluminio en varios rollos, y
- realizar un recocido final de la bobina o de los rollos confeccionados durante al menos 150 h a temperatura del aire del horno de 200 a 245 °C con una fase de enfriamiento final durante al menos 3 h, preferentemente al menos 7 h a una temperatura del aire del horno de 100 °C.

25 10. Procedimiento según la reivindicación 9,

caracterizado por que

la aleación de aluminio presenta las siguientes partes constituyentes de aleación en % en peso:

- 30 $0,05 \% \leq \text{Si} \leq 0,30 \%$,
- $0,7 \leq \text{Fe} \leq 1,3 \%$,
- $\text{Cu} \leq 0,05 \%$,
- $\text{Mn} \leq 0,05 \%$,
- $\text{Mg} \leq 0,05 \%$,
- 35 $\text{Cr} \leq 0,05 \%$,
- $\text{Zn}: \leq 0,10 \%$,
- $\text{Ti}: \leq 0,025 \%$,
- el resto Al e impurezas inevitables individualmente como máximo el 0,05 % en peso, en total como máximo el 0,15 % en peso y se realiza
- 40 - el recocido por recristalización de la banda laminada en frío a una temperatura del aire del horno de 450 °C a 550 °C durante al menos 5 h y
- el recocido intermedio después de duplicar la banda a una temperatura del aire del horno de 240 °C a 320 °C durante 0,5 h.

45 11. Procedimiento según la reivindicación 10,

caracterizado por que

la lámina de aleación de aluminio presenta al menos una de las siguientes limitaciones de las partes constituyentes de aleación en % en peso:

- 50 $0,05 \% \leq \text{Si} \leq 0,30 \%$,
- $0,8 \% \leq \text{Fe} \leq 1,15 \%$,
- $\text{Cu} \leq 0,05 \%$,
- $0,01 \% \leq \text{Mn} \leq 0,04 \%$, preferentemente $0,015 \% \leq \text{Mn} \leq 0,035 \%$, de manera especialmente preferente
- 55 $0,018 \% \leq \text{Mn} \leq 0,025 \%$,
- $\text{Mg} \leq 0,01 \%$, preferentemente $\text{Mg} \leq 0,005 \%$, de manera especialmente preferente $\text{Mg} \leq 0,0035 \%$,
- $\text{Cr} \leq 0,02 \%$,
- $\text{Zn} \leq 0,07 \%$ y/o
- $0,005 \% \leq \text{Ti} \leq 0,025 \%$.

60 12. Procedimiento según la reivindicación 9 u 11,

caracterizado por que

la homogeneización del lingote de laminación se realiza a de 420 a 600 °C durante al menos 7 h.

65 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 a 12,

caracterizado por que

el lingote de laminación se lamina en caliente durante la laminación en caliente hasta un espesor final de laminación

ES 2 991 692 T3

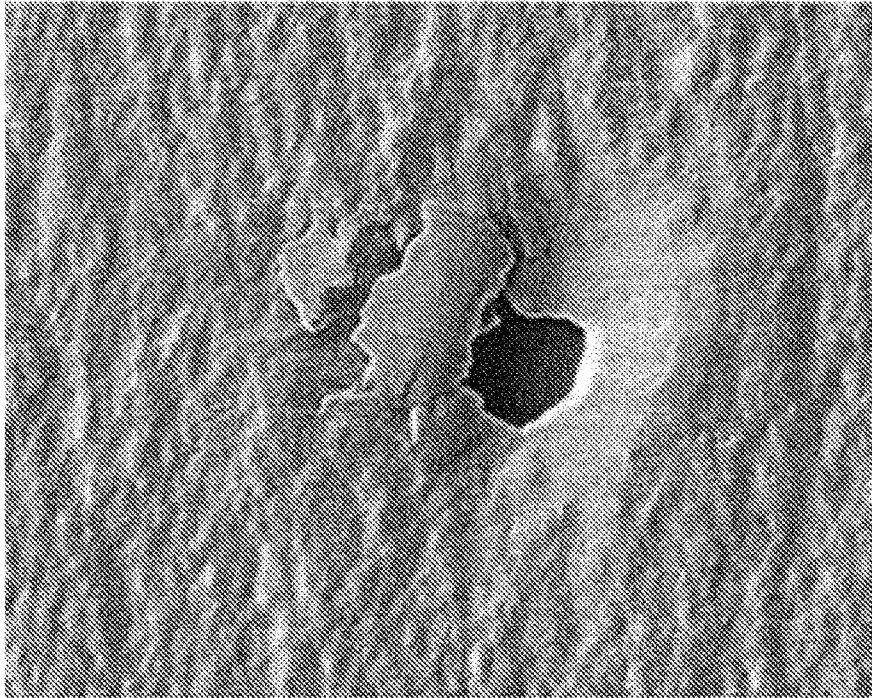
en caliente de 2 mm a 4 mm y la temperatura final de la banda laminada en caliente asciende a entre 300 °C y 350 °C.

14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 a 13,

caracterizado por que

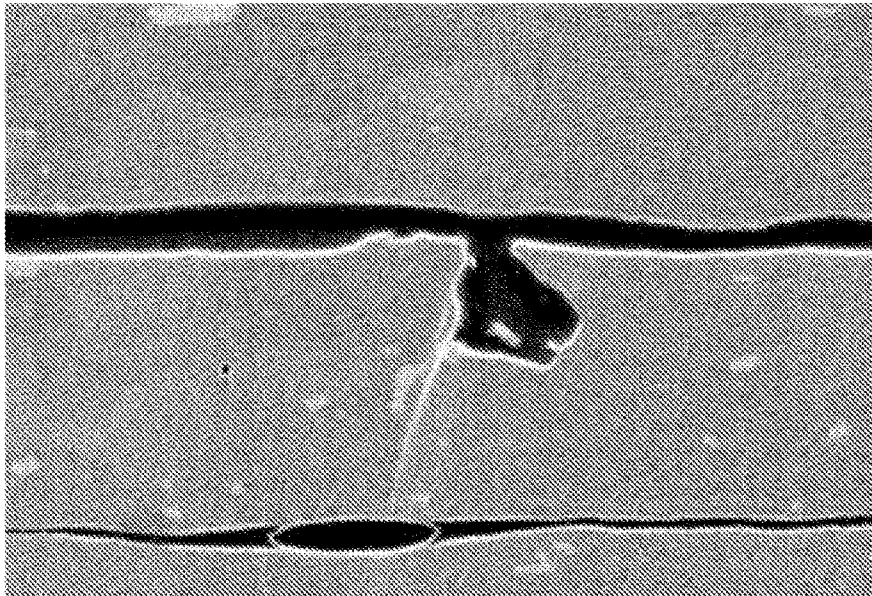
5 el recocido final se realiza durante al menos 150 h a de 200 °C a 225 °C.

15. Uso de una lámina de aleación de aluminio según una de las reivindicaciones 1 a 8, en el material compuesto multicapa, en particular envases con un requisito de barrera para la lámina de aluminio.



10 μm Aum.= 500X TEA = 10.000 kV Señal A = SE2
Nombre de archivo=013.tif DT = 8,4mm

Fig.1a



1 μm Aum.= 500KX TEA = 200 kV Señal A = SE2

Fig.1b

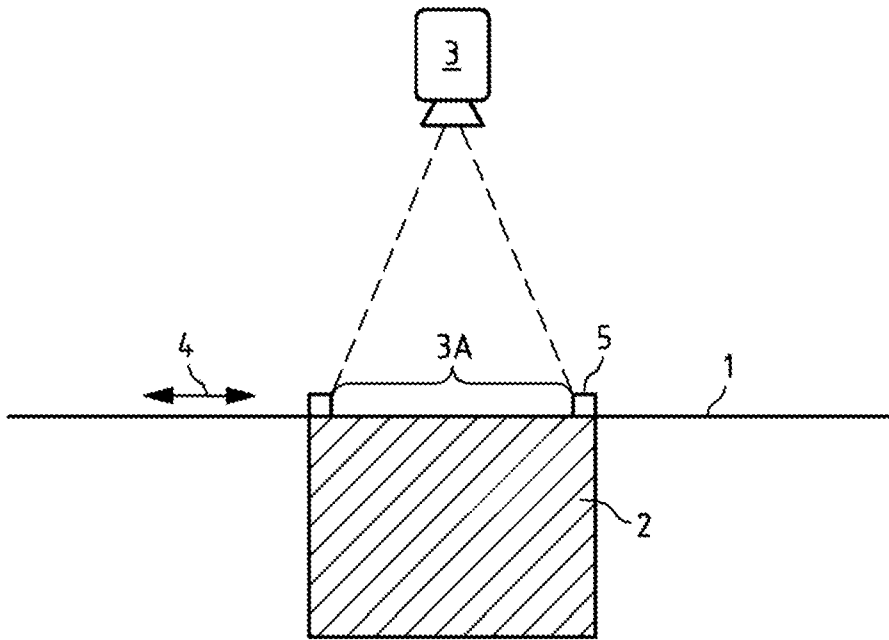


Fig. 2

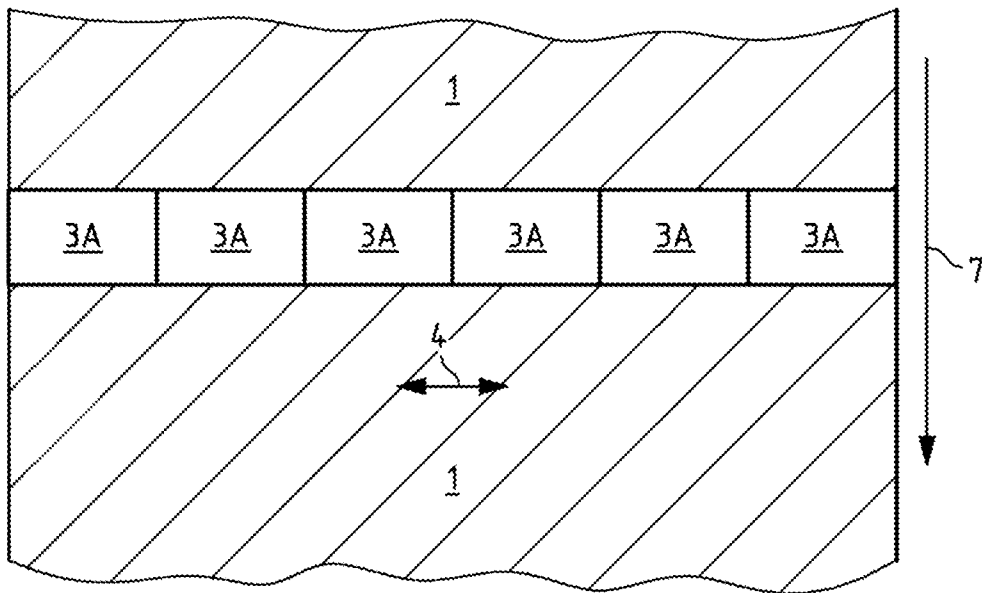


Fig. 3

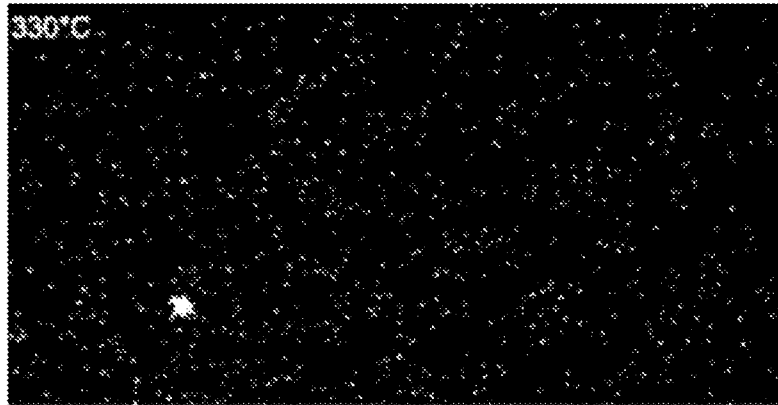


Fig.4a



Fig.4b

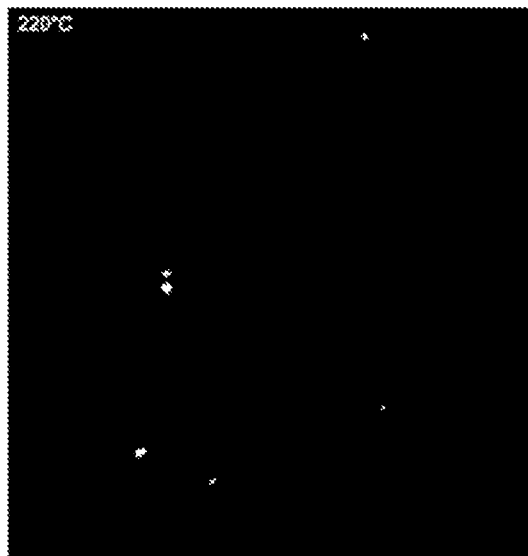


Fig.4c