

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA 164977

164977

descriptiva sobre "UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE UN POLVO DE HIERRO  
QUE SE PRESTA PARTICUDARMENTE A LA AGLOMERACION".

POR

SOCIETE D'ELECTROCHIMIE, D'ELECTROMETALLURGIE ET DES ACIERIES  
ELECTRIQUES D' UGINE.

DE

P A R I S

Francia.

PATENTE DE INVENCIÓN

=====

"POUDRE DE FER NEEL"

=====

164977

1164977



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Un procedimiento de fabricación de un polvo de hierro  
"que se presta particularmente a la aglomeración".

=====

Solicitantes: SOCIETE D'ELECTROCHIMIE, D'ELECTROMETALLURGIE  
ET DES ACIERIES ELECTRIQUES D'UGINE,  
domiciliada en nº 10 Rue du Général Foy,  
Paris, Francia.

=====

La fabricación de objetos aglomerados partiendo de polvos de hierro precisa el empleo de polvos que presenten características especiales. Es conveniente, por ejemplo, que dichos polvos se presten con facilidad a la aglomeración en frío a presiones que no sean demasiado elevadas y que den lugar, en este estado, a objetos que presenten una densidad suficiente.

Es preciso al mismo tiempo que los granos tengan una contextura conveniente para asegurar al objeto una buena cohesión y una ausencia de friabilidad.

Los polvos habitualmente fabricados en la industria, por medios mecánicos, por electrolisis o por



- reducción de compuestos oxidados de hierro, no llenan estas condiciones mas que de una manera imperfecta. Así, pues, la
15. compresión de estos polvos por aplicación de cargas de 5 a 10 toneladas por  $\text{cm}^2$  no permite obtener aglomerados de una densidad superior a 5,5, lo que corresponde a un porcentaje de huecos de 28% del volumen total del objeto, es decir, a un coeficiente de llenado relativamente débil.
20. Además, estos aglomerados son por lo general friables; si se tratan en la máquina Brinell, se obtienen impresiones de gran diámetro debidas al deslizamiento de los granos alrededor de la bola o del diamante, lo que corresponde a una cohesión insuficiente de la materia.
25. Los polvos de hierro que se encuentran en los laboratorios y que se preparan por lo general mediante reducción del oxalato de hierro dan resultados un poco superiores a los polvos industriales, pero el precio de venta de los polvos, preparados partiendo del oxalato
30. de hierro, es elevado, pues por una parte el producto de partida es costoso y, por otra parte, la reducción se efectúa a temperaturas relativamente elevadas, precisándose el empleo de material especial.
35. La sociedad solicitante ya ha propuesto fabricar polvos de hierro mediante descomposición del formiato férrico, seguido de una reducción a temperaturas relativamente bajas inferiores a 500°. Se obtiene por este procedimiento polvos extremadamente finos que poseen por consecuencia de su naturaleza física y química, características magnéticas muy importantes (gran campo coercitivo)
40. y se prestan por este hecho a la fabricación de imanes permanentes de elevada calidad; pero este polvo no presenta ventajas muy marcadas sobre los otros polvos industriales, en lo que respecta a la facilidad de aglomeración, y a
45. la obtención de objetos que presenten características mecánicas muy elevadas. La experiencia ha demostrado que las dos calidades; campo coercitivo elevado, por



una parte, y gran facilidad de aglomeración por otra parte, por lo general, no pueden obtenerse simultáneamente.

50. El presente invento tiene por objeto un procedimiento de fabricación de un polvo de hierro para el que no se buscan especialmente valores elevados de la fuerza coercitiva, como sucede con los imanes permanentes, pero que se presta muy bien para la fabricación por aglomeración
55. de objetos de cualquier naturaleza que deban presentar características mecánicas elevadas (resistencia, densidad, capacidad, etc...). Este polvo dá, mediante sencilla compresión en frío, aglomerados de una densidad elevada, del orden de 7, que presentan una proporción de huecos
60. inferiores a un 10%, para presiones de 5 a 10 toneladas por  $\text{cm}^2$ , desprovisto de friabilidad y que presentan una resistencia mecánica elevada.

- El procedimiento que constituye el objeto del invento, consiste esencialmente, partiendo de formiato
65. férrico, en efectuar una descomposición de este cuerpo mediante calor, en atmósfera neutra o reductora y en particular en proceder, simultánea o posteriormente a esta descomposición, a una reducción muy intensa de los productos de la descomposición por medio de un gas
70. reductor, a una temperatura inferior a  $750^{\circ}\text{C}$ .

- Una primera característica del invento está, pues en el hecho de que se utiliza como materia prima para la producción del polvo, formiato férrico. La Sociedad solicitante ha comprobado, en efecto, el hecho sorprendente
75. de que este compuesto permitía obtener polvos mucho más convenientes para la aglomeración que los polvos de laboratorio fabricados por descomposición y reducción de un compuesto orgánico sin embargo muy parecido: el oxalato. Este resultado se obtiene además efectuando la reducción
80. a temperaturas poco elevadas, lo que es muy importante desde el punto de vista del precio de venta. Además, el polvo preparado partiendo de formiato es, siendo todas las



cosas iguales, esencialmente más puro que el polvo preparado partiendo del oxalato. El cuadro siguiente muestra claramente

85. los diferentes resultados desde el punto de vista de la aglomeración entre el método por el oxalato y el método por el formiato, objeto del presente invento. Las cifras que en dicho cuadro se indican se refieren a aglomerados obtenidos partiendo de dos polvos por sencilla compresión

90. en frío a una presión de 10 toneladas por  $\text{cm}^2$ , y dan en los dos casos tratados, el porcentaje de huecos con relación al volumen total de la pieza comprimida.

	Temperatura de reducción.	Duración de la reducción.	% de huecos para el polvo obtenido partiendo de formiato.	% de huecos para el polvo obtenido partiendo del oxalato.
95.	500°	1 hora	11,5	28,8
	500°	4 horas	10,5	26,3
100.	600°	1 hora	9	23,7

Otra característica del invento se manifiesta en el tratamiento del compuesto para la obtención del polvo apropiado. Se parte de un formiato férrico preparado por cualquier medio conocido. Se descompone este formiato

105. por el calor y, simultánea o posteriormente, se procede a la reducción de los productos de esta descomposición por medio de un gas reductor, pero mientras que para obtener polvos de campo coercitivo elevado, se efectúa una reducción que puede no ser total a temperaturas del orden

110. de 300°, se procederá, según el invento, a una reducción muy intensa, a una temperatura más elevada, por ejemplo comprendida entre 400° y 750°.

Los ejemplos resumidos en el cuadro siguiente y que se refieren a polvos reducidos partiendo del formiato férrico, a diferentes temperaturas, demuestran las

115. variaciones de los resultados obtenidos, en función de la temperatura de reducción y de la duración de esta reducción. Se han mostrado, en las dos últimas columnas,



120. por una parte, los valores de los campos coercitivos obtenidos en los diferentes casos y, por otra parte, los porcentajes de huecos en los objetos aglomerados mediante sencilla compresión en frío a presiones de 10 toneladas por  $\text{cm}^2$ .

125.	Temperatura de la reducción.	Duración de la reducción.	Campo coercitivo del polvo.	% de huecos en el objeto aglomerado en frío.
	400°	1 hora /	58 gauss	19,7 %
	400°	4 horas	57 "	16 %
	400°	8 horas	40 "	16 %
	500°	1 hora	35 "	11,5 %
130.	500°	8 horas	10 "	10,3 %
	600°	1 hora	10 "	9 %

El grado de reducción a alcanzar debe ser lo más elevado posible. Prácticamente, productos que solo contienen 1% de oxígeno convienen para la mayor parte de las necesidades corrientes, pero los resultados van siendo mejores a medida que se desciende de esta proporción. Se obtendrá la reducción intensa deseada actuando sobre la naturaleza del gas reductor sobre su caudal o su presión. La reducción será tanto mejor cuanto mas puro sea el gas utilizado y cuanto más rápido se haya elegido el paso de su caudal o su presión más elevada, siendo por lo demás las otras cosas iguales. Ensayos previos permitirán si ello es necesario, darse cuenta, en una instalación determinada, de las mejores condiciones a adoptar para un resultado determinado.

135.

140.

145.

En lo que respecta a la temperatura de la reducción, podrá variar dentro de grandes límites, por ejemplo entre 300° y 750°. Cuando la temperatura es demasiado elevada, es preciso, en efecto, poner en obra instalaciones más complicadas y utilizar materiales refractarios más caros, lo que grava el coste de la operación y el precio de venta del polvo obtenido.

150.



- Además, cuando se llega a la proximidad de la temperatura de 750° indicada como máximo, o cuando se sobrepasa esta temperatura se corre el riesgo de provocar un principio
155. de fritado del polvo, lo que complica la fabricación y disminuye inmediatamente las calidades características del producto obtenido. Si por el contrario, se opera a temperaturas inferiores a 500° , la reducción será más lenta y por consiguiente menos completa para una misma
160. duración de operación; se obtendrán entonces polvos que poseerán una fuerza coercitiva notable, pero que presentarán en estado aglomerado en frío, una densidad menos elevada, conservando además una buena cohesión. Por último, si se opera a temperaturas muy bajas por ejemplo a 300° es
165. preciso prolongar considerablemente la duración de la reducción, lo que no es compatible con un precio de venta reducido. Se elegirá ,en definitiva, la temperatura de reducción teniendo en cuenta las consideraciones antedichas y según la densidad y el coeficiente de llenado que es
170. preciso obtener en el aglomerado que se pretenda fabricar.

A continuación damos algunos ejemplos de realización a título no limitativo.

- EJEMPLO I. Se ha descompuesto y reducido formiato de hierro a 550° en una corriente de hidrógeno
175. seco y puro de 30 litros por gramo de hierro y por hora a la presión ordinaria: al cabo de una hora de reducción, se ha obtenido un polvo de hierro que, una vez comprimido en frío a una presión de 10 toneladas por cm<sup>2</sup> ha dado un aglomerado de una densidad de 7,1. El experimento
180. de este aglomerado en la máquina Brinell ha dado una muestra correspondiente a 130 unidades Brinell, lo que indica que los granos presentan una buena cohesión.

- EJEMPLO II. Una operación análoga se ha realizado con la misma cantidad de hidrógeno a la misma
185. presión, pero efectuando la reducción a una temperatura de 650°. En este caso también la compresión en frío del



polvo a una presión de 10 toneladas por  $\text{cm}^2$  ha dado lugar a un aglomerado de una densidad de 7 presentando igualmente una buena cohesión.

190. EJEMPLO III. Se ha realizado otra operación, esta vez con una temperatura de reducción de 550° como en el ejemplo I, pero con una cantidad de hidrógeno cuatro veces más pequeña. La densidad del objeto aglomerado en frío a una presión de 10 toneladas por  $\text{cm}^2$  no es más

195. que de 5,5 en lugar de 7.

El polvo fabricado según el procedimiento de este invento tiene particular aplicación a la fabricación de cualesquiera objetos aglomerados con o sin ligante, que deban presentar una buena resistencia mecánica con

200. ausencia de fragilidad.

Se aplica también a la preparación de núcleos de bobinas de autoinducción.

De una manera general, el polvo fabricado con este procedimiento necesitará una presión menos elevada que los polvos ordinarios para la obtención de una misma densidad; o permitirá obtener densidades esencialmente más elevadas utilizando las presiones habituales

El polvo fabricado mediante este procedimiento se utilizará también con ventaja para la fabricación de cualesquiera objetos fritos, pues, por una parte el aumento de densidad obtenido sobre el objeto comprimido sencillamente en frío, tiene por consecuencia una disminución de contracción en el momento del frito, y por otra parte, la finura y contextura del grano y la posibilidad de obtener densidades elevadas sobre el aglomerado en

215. frío conducen a una mejora de contactos sobre los granos que permite descender la temperatura del frito.

En unas u otras aplicaciones, es evidente que el polvo obtenido por el procedimiento objeto del

220. invento, se podrá emplear solo o mezclado a otros polvos



metálicos, con o sin ligante aislante y según la naturaleza de los objetos a fabricar.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del
225. invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en
230. Francia con fecha 1<sup>a</sup> de marzo de 1943, n.º prov. 343, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en
235. España: "Un procedimiento de fabricación de un polvo de hierro que se presta particularmente a la aglomeración"; caracterizándose por la siguiente:

REIVINDICACION

- Procedimiento de fabricación de un polvo de
240. hierro que se presta particularmente a la aglomeración, caracterizándose porque el referido polvo puede dar, mediante compresión en frío, aglomerados que presenten una densidad y una compacidad muy elevadas, caracterizándose también por el hecho de que se descompone formiato
245. férrico en atmósfera neutra o reductora, y se procede, simultánea o posteriormente a esta descomposición, a una reducción muy intensa de los productos de la descomposición por medio de un gas reductor, a una temperatura inferior a 750<sup>o</sup>.
250. "Un procedimiento de fabricación de un polvo de hierro que se presta particularmente a la aglomeración"; según queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 29 febrero 1944.

SOCIETE D'ELECTROCHIMIE, D'ELECTROMETALLURGIE,  
ET DES ACIERIES ELECTRIQUES D'UGINE.

Por Poder de J. GOMEZ ACEBO