

325156

PATENTE DE INVENCION

B.BX 83.



325156

Memoria Descriptiva

sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALEACIONES
DUCTILES A BASE DE TUNGSTENO".

Solicitante: PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et
Electrometallurgiques, entidad francesa, resi-
dente en: 23, rue Balzac, PARIS 8ème, Francia.

El presente invento se refiere a un pro-
cedimiento para la obtención de aleaciones a base
de tungsteno, caracterizado por temperaturas de
transición ductilo-frágiles que son iguales o in-
feriores a la temperatura ordinaria.

325156 - 2 -



- Es bien sabido que la temperatura de transición ductilo-frágil del tungsteno puede hacerse descender mediante adición de renio. Aun cuando se han podido preparar hilos de tungsteno dúctiles a la temperatura ordinaria, sin adición de renio, la fabricación de hojas, tubos y otras formas ya trabajadas en aleación de tungsteno necesita una cantidad de renio del orden de 22 a 25 % para permanecer dúctil a la temperatura ordinaria.
- 5.
10. Sin embargo, debido a la escasez y al precio elevado del renio, es preferible obtener una aleación a base de tungsteno que sea dúctil a la temperatura ordinaria o a temperatura más baja, empleando lo menos posible de renio.
15. Además, la aleación debe ser por lo menos tan resistente y tener una temperatura de recristalización por lo menos tan elevada como el tungsteno no aleado.
20. Por consiguiente, uno de los objetos del presente invento es la producción de una aleación a base de tungsteno que contenga menos de 1 % de renio cuya temperatura de transición ductilo-frágil sea, sin embargo, muy baja.
25. Otro objeto de la presente invención es la obtención de una aleación a base de tungsteno dúctil a la temperatura ordinaria que tenga, sin embargo, una resistencia mecánica y unas propiedades a elevada temperatura prácticamente iguales a las del tungsteno no aleado.
30. Según el presente invento, aleaciones a



- base de tungsteno se obtienen mezclando menos de 1 % de polvo de renio y de 0,1 % a 0,3 % de polvo de manganeso con polvo de tungsteno, dándose todos estos porcentajes en peso con relación al tungsteno. La
5. mezcla se comprime en la prensa hidráulica a 3.500 kg/cm² alrededor para formar una bolita que después se previtrifica a 1.300° alrededor durante 4 horas a un vacío del orden de $2 \cdot 10^{-6}$ mm de mercurio. Después de lo cual la mezcla es de nuevo pre-vitrificada a
10. un vacío de 1.650° durante 4 horas más. El calentamiento a 1.300° provoca la combinación del manganeso con el oxígeno residual de la mezcla para formar bióxido de manganeso y el calentamiento a 1.650° volatiliza una parte del bióxido de manganeso y la mayor
15. parte del manganeso residual.
- Según una variante del procedimiento, en lugar de hacer la pre-vitrificación en vacío, puede efectuarse ésta en atmósfera de hidrógeno o de gas inerte. En tal atmósfera la velocidad de paso del gas debe ser suficiente para eliminar a la vez los vapores de manganeso y de bióxido de manganeso, es decir, que su presión de vapor en la bolita debe ser menor que la presión de vapor normal de estos compuestos a la temperatura de vitrificación.
- 20.
25. A continuación de las dos etapas precedentes, la mezcla se vitrifica a unos 2.350° durante 6 horas en las mismas condiciones de presión que las que se han utilizado para la pre-vitrificación. Durante la vitrificación, la densidad de la aleación
30. aumenta y casi todo el oxígeno residual se combina

325156

- 4 -



con el manganeso y se elimina como bióxido de manganeso. Después de vitrificación, la aleación se lamina al espesor deseado y se desoxida.

5. El análisis de las muestras de la aleación por espectrografía de emisión y de masa demuestra que contienen entre 1 y 35 partes por millón de manganeso. Esto es muy inferior a la cantidad de manganeso introducido inicialmente en la mezcla, pero es mucho más que las 0,3 a 0,4 partes por millón de manganeso halladas habitualmente en una bolita de tungsteno no aleado. La proporción de renio en la aleación permanece prácticamente idéntica a la que se ha incorporado inicialmente en la mezcla. La proporción en oxígeno de las muestras de aleaciones es netamente menor que la del tungsteno no aleado que contiene entre 50 y 100 partes por millón de oxígeno.

15. Las mediciones de temperatura de transición ductilo-frágil se han efectuado sobre un gran número de composiciones mediante ensayos de doblado de probetas que tienen 2,5 cm de longitud, con 1 cm de ancho y 1 mm de espesor sobre un radio igual a 4 veces el espesor de la probeta y determinando por una parte la temperatura mínima a la que se producen grietas desde el principio del doblado (temperatura de ductilidad nula) y, por otra parte, la temperatura mínima a la que la probeta puede doblarse a 105° de ángulo sin grieta (temperatura de ductilidad).

EJEMPLO -

20. Se fabrica una hoja de aleación de 1 mm de espesor del modo descrito anteriormente, mezclando
- 30.



5. manganeso, renio y tungsteno elementales en las proporciones dadas en el Cuadro I que sigue. Sobre unas probetas se efectúan las mediciones de temperatura de transición ductilo-frágil de proporción en oxígeno, de resistencia a la tracción y una temperatura de recristalización.

CUADRO I.

Aleaciones proporciones en peso			Temperatura de transición ductilo-frágil.		Proporción de oxígeno en par tes por millón
Mn	Re	W	Ductilidad mla.	Temperatura de ductilidad.	
0,10	0,00	el resto	100	125	22
0,10	0,20	"	10	25	9
0,10	0,50	"	- 5	0	16
0,10	0,75	"	- 20	- 5	38
0,15	0,00	"	25	40	-
0,20	0,00	"	50	70	13
0,20	0,50	"	0	10	2
0,30	0,00	"	35	50	28
0,30	0,50	"	0	10	26
0,30	1,00	"	25	35	-

25. Las aleaciones antedichas poseen una carga de rotura a 1.650° del orden de 980 kg/cm² y temperaturas de recristalización que oscilan de 1.400 a 1.550°C.

30. Estos valores son ligeramente más elevados que los que se obtienen a partir de tungsteno no aleado preparado por el procedimiento descrito. La temperatura



de ductilidad nula de tungsteno no aleado es 75º y su temperatura de ductilidad 80º.

5. El análisis de estas aleaciones por espectrometría de emisión demuestra que la proporción de manganeso residual es en todos los casos inferior a 35 partes por millón.

10. Análisis al espectrómetro de masa, antes y después de vitrificación, de aleaciones obtenidas por mezcla de polvos elementales de manganeso, de renio y de tungsteno demuestran que la proporción en manganeso residual aumenta con la proporción de la mezcla inicial como lo indica el cuadro 2 siguiente.

CUADRO II.

15.	Partes por millon en la mezcla antes de vitrificación			Partes por millón en la aleación vitrificada		
	Mn	Re	W	Mn	Re	W
	1.000	5.000	el resto	1	sin cambio	el resto
	1.000	7.500	"	2	"	"
20.	3.000	0.000	"	3	"	"
	3.000	5.000	"	13	"	"

25. Este cuadro demuestra que la cantidad de manganeso de la aleación final determinada por análisis al espectrómetro de masa se sitúa entre 1 y 13 partes por millón. Demuestra también que la proporción de renio determinada al espectróscopo de emisión en la aleación final permanece prácticamente idéntica a la de la mezcla inicial.



- Este ejemplo destinado a ilustrar el invento no presenta carácter alguno limitativo y pueden introducirse variantes en el procedimiento descrito anteriormente y en la composición de las aleaciones sin salirse por ello del área de la presente invención.
- 5.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del 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 alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica, con fecha 6 de Abril de 1965, bajo el Nº SN 446.097, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALEACIONES DUCTILES A BASE DE TUNGSTENO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
- 20.

- 1ª.- Procedimiento para la obtención de aleaciones dúctiles a base de tungsteno, caracterizado porque comprende las fases siguientes: a) mezclar en forma de polvos de tungsteno con 1 % o más de renio y 0,1 a 0,3 % de manganeso; dándose estas proporciones en peso con relación al tungsteno y comprimir esta mezcla para formar una bolita; b) pre-vitrificar esta mezcla a 1.650º durante 4 horas alrede-
- 25.
- 30.

325156
- 8 -



5. dor para formar bióxido de manganeso; c) pre-vitrificar esta mezcla a unos 1650° durante 4 horas alrededor para eliminar el oxígeno por volatilización del bióxido de manganeso y de la mayor parte del manganeso residual y d) vitrificar esta mezcla a 2.350° alrededor durante 6 horas alrededor.

10. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque contienen 1% o más de renio y de 1 a 35 partes por millón de manganeso, siendo el resto tungsteno.

3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la proporción en renio está comprendida entre 0,2 y 1% de renio.

15. 4ª.- "Procedimiento para la obtención de aleaciones dúctiles a base de tungsteno"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

5 ABR. 1966

PECHINEY, Compagnie de Produits
Chimiques et Electrometallurgiques,

J. GÓMEZ ACEDO Y NOGA
n. p. Firmado: F. Hernández Rada