

PATENTE DE INVENCION

B.2329.3.
=====



Memoria Descriptiva 340681
sobre:

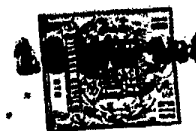
"Procedimiento para mejorar las propiedades mecánicas de productos metálicos porosos".

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, residente en 29 rue de la Fédération, Paris 15^e, Francia.

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de productos metálicos porosos, así como los productos obtenidos por este procedimiento.

5. Este procedimiento se aplica natu

340681



ralmente tanto a la preparación de productos porosos a partir de metales puros, como a partir de aleaciones metálicas. Se aplica en particular, aún cuando no exclusivamente, al tratamiento de polvos metálicos

5. a base de níquel o de sus aleaciones y al de los productos obtenidos a partir de tales polvos, por ejemplo por fritado.

- La invención se propone esencialmente mejorar las propiedades mecánicas de estos productos y, más particularmente, su dureza o resistencia al aplastamiento, evitando así la obturación de los poros que, en los productos obtenidos por los procedimientos anteriores, conduce a variaciones importantes de la permeabilidad. Se propone igualmente facilitar la obtención de productos de forma y de dimensiones precisas determinadas.
- 10.
- 15.

- Con el fin de rebajar la temperatura de fritado de los polvos de níquel utilizados, principalmente para la fabricación de filtros y mejorar la resistencia mecánica de éstos, se ha propuesto ya recubrir los granos de polvo de una fina capa de níquel fosforado que contenga del 1 al 12% de fósforo en peso, y fritar a continuación los granos aglomerados a una temperatura superior a la temperatura de fusión del eutectoide níquel-fósforo.
- 20.
- 25.

- Este procedimiento es muy oneroso, ya que implica el empleo de un baño, a base de sales de níquel y de derivados del fósforo, que ha de renovarse con frecuencia como consecuencia de su empobrecimiento en estos constituyentes. No es aplicable más
- 30.

340681



que a los polvos, ya que el metal de la capa níquel-fósforo depositado sobre los granos metálicos, no se difunde y, al quedar sobre la superficie de los granos, aumenta el diámetro de éstos. En el caso de -

5. productos terminados porosos, tales como los filtros de níquel, la porosidad disminuiría fuertemente, de no anularse del todo.

Para evitar estos inconvenientes, la invención propone un procedimiento de preparación

10. de productos metálicos porosos que se caracteriza - esencialmente por el hecho de que comprende la impregnación del metal por una solución de una combinación oxigenada del fósforo y el calentamiento del producto impregnado, en atmósfera reductora, a una temperatura

15. suficiente para provocar la reducción del fósforo y su difusión por el metal.

Puede efectuarse la impregnación en particular en un polvo metálico o en un producto metálico ya conformado. En el caso de productos pre-

20. parados por fritado de un polvo metálico, la impregnación puede efectuarse ya sea antes, ya después del fritado.

En la realización del procedimiento conforme a la invención, se impregna de preferencia los polvos o los productos porosos con una solución de una combinación oxigenada del fósforo en proporciones que correspondan al contenido deseado de -

25. fósforo. Resulta ventajoso secar a continuación las pastas o los productos porosos húmedos cuidando que esta desecación sea uniforme y no produzca concentra

30.

340681



ción del compuesto del fósforo en un punto cualquiera. La cantidad de fósforo deseada puede introducirse, si se estima útil, en varias operaciones separadas por desecaciones.

5. Se puede mejorar eventualmente la uniformidad del reparto del compuesto fosforado sobre las superficies metálicas tratadas añadiendo a la solución productos humectadores o productos filmógenos, evitando estos últimos, en particular, la cristalización del compuesto fosforado durante la desecación de su solución.

10. Después de la desecación, los cuerpos porosos o los polvos son calentados, en atmósfera de hidrógeno por ejemplo, a una temperatura y durante un tiempo tales que se libere el fósforo y se difunda en el metal.

15. En el caso de los polvos destinados a continuación a formar piezas por las técnicas de la metalurgia de los polvos, puede ser ventajoso, conforme a una característica secundaria de la invención, combinar este calentamiento con el fritado, activando el fósforo dicho fritado.

20. Por ejemplo, los polvos son impregnados con la combinación fosforada, comprimidos después y sometidos al tratamiento térmico de reducción-fritado. O también, cuando se recurre a un procedimiento de hilado de pastas formadas por el polvo metálico y de un aglutinante, se puede incorporar a dichas pastas la solución del compuesto fosforado. El fritado en medio reductor de los objetos obtenidos -
- 25.
- 30.

340681



por hilado, va entonces acompañado por la fosforación del metal. O también, se comprimen primero los polvos, y después, se impregnan las piezas obtenidas en la solución del compuesto fosforado, se desecan y se someten al tratamiento de reducción-difusión-fritado. Pueden asimismo aplicarse muchas otras variantes, sin salir del marco de la invención.

5. Describiremos a continuación varios ejemplos, dados a título no limitativo, de realización del procedimiento objeto del invento. Las disposiciones de realización que se describirán a propósito de estos ejemplos habrán de considerarse como formando parte del invento, bien entendido que podrán utilizarse igualmente cualesquiera disposiciones equivalentes sin salir del marco del mismo.
- 10.
- 15.

Ejemplo 1 - Endurecimiento de tubos porosos de níquel.

20. Se trata de tubos porosos que están destinados a soportar presiones superiores a 100 bares, sin que disminuya excesivamente su permeabilidad.

25. Estos tubos, preparados a partir de polvos de níquel cuyos granos tienen diámetros equivalentes inferiores a 8μ , presentan una porosidad del orden del 50%. Se trata de endurecerlos por adición del 1% de fósforo en peso. Para tubos de un peso medio de 82 g cada uno, esto significa, pues, 0,82 g de fósforo que han de introducirse por tubo.

30. La combinación oxigenada del fósforo utilizado es el fosfito de amonio $PO_3H(NH_4)_2$.

- 6 -
340681



que contiene 31 g de fósforo en 116 g de sal. Por tubo poroso, hay que utilizar, pues, 3,067 g de fosfito.

Primeramente, se impregnan los tubos porosos con una solución acuosa de fosfito amónico cuya concentración se calcula como sigue:

Para estos tubos de níquel puro, cuyo peso es de 32 g cada uno y cuya porosidad es del 50%, el volumen de los poros es de 9,21 cm³. La solución de fosfito ha de tener, pues, una concentración tal que los 3,067 g de fosfito queden contenidos en 9,21 cm³ de solución.

Si se desea operar en dos veces, al ser doble el volumen de solución, la concentración será menor, la mitad por ejemplo, en cada operación, permaneciendo idéntica la cantidad total de fosfito amónico.

Se introducen los tubos porosos en la solución, que penetra rápidamente por los poros, por capilaridad. Se puede, eventualmente, crear una depresión por encima de la solución en la que se sumergen los tubos, para facilitar la eliminación del aire que los mismos contienen.

Tras su impregnación, se secan los tubos rápidamente. Para ello, se montan en posición horizontal, en un dispositivo que les comunica un movimiento de rotación en torno a su eje, al tiempo que les permite ser barridos por una corriente de aire caliente.

Después del secado, son tratados

340681



18 MAR 1958

durante 16 horas a 700°C en hidrógeno. El amónico se descompone y libera el fósforo que contiene, el cual, se difunde en el níquel,

- 5. El aumento de dureza que este tratamiento confiere a los tubos porosos de níquel puede medirse por la variación de su permeabilidad al aire cuando han sido comprimidos.

- 10. Un tubo no tratado, cuya permeabilidad se mida por 100.000,10⁻⁷ moles de aire/cm²/cm Hg/mn presenta esta permeabilidad rebajada a 26.000,10⁻⁷ moles de aire/cm²/cm Hg/mn después de una compresión hidrostática de 1.000 bares. Un tubo idéntico en el momento inicial tiene una permeabilidad de 90.000,10⁻⁷ moles de aire/cm²/cm Hg/mn después del tratamiento de fosfuración. Comprimido bajo 1.000 bares, esta permeabilidad sigue siendo de 54.000,10⁻⁷ moles de aire/cm²/cm Hg/mn. La ganancia, con respecto a los tubos no fosfurados es, pues, de 26.000,10⁻⁷ moles de aire/cm²/cm Hg/mn,

- 20. Ejemplo 2 - Fosfuración de un polvo de níquel destinado a fabricar los tubos porosos.

- 25. El polvo de níquel, obtenido por descomposición de níquel-tetracarbonilo, está formado por granos cuyos diámetros son inferiores a 8 μ. Se le añaden, por kilogramo, 200 cm³ de una solución que contiene de 37,4 g de PO₃ H (NH₄)₂. Se seca el polvo sin cesar de agitarlo, y se trata después durante 4 h a 570°C en hidrógeno. La torta obtenida, muy friable, es sometida a disgregación y proporciona un polvo de 1% de fósforo, cuyos granos quedan -
- 30.

340681



recubiertos por una capa rica en combinación Ni_3P , como lo revela un examen por rayos X. Este polvo - puede utilizarse para la fabricación de objetos compactos o porosos de gran duración, según las técnicas conocidas de la metalurgia de los polvos. Las duraciones y/o temperaturas de fritado se reducen fuertemente por la presencia de Ni_3P , una parte del cual por lo menos se disocia y libera fósforo que se difunde en la masa del metal.

5. Las duraciones y/o temperaturas de fritado se reducen fuertemente por la presencia de Ni_3P , una parte del cual por lo menos se disocia y libera fósforo que se difunde en la masa del metal.

10. Ejemplo 3 - Se aplica el mismo tratamiento que en el ejemplo 2 a un polvo de aleación Cu 67 % Ni 28 % Sn 5 % en peso (granos de diámetros inferiores a 38 μ) para endurecerlo por introducción de 0,5% de fósforo.

15. Para obtener, a partir de este polvo fosfurado, cuerpos porosos cuya porosidad es del 50% en volúmen, basta con efectuar el fritado a 850°C en lugar de 1.100°C para el polvo no fosfurado.

Ejemplo 4 - Fosforación de un polvo de níquel a partir de fosfato triamónico.

20. Se disuelve el fosfato triamónico en agua tibia a razón de 100 g/l. Con esta solución, el níquel del ejemplo 2 forma una pasta que contiene 56 g de fosfato por kilo de níquel. Se seca, al tiempo que se amasa bajo una temperatura de unos 100°C.

25. Se reduce a continuación en hidrógeno a 500/600°C. - Se obtiene a continuación un polvo de níquel fosforado que contiene 0,35% de fósforo.

N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo

340681



en la práctica, deba 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

5.

presentada en Francia con fecha 18 de Mayo de 1.966, bajo el número IV. 62 046, acciéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia

10.

del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LAS PROPIEDADES MECANICAS DE PRODUCTOS METALICOS POROSOS"; caracterizándose por lo siguiente:

15.

1ª.- Procedimiento para mejorar las propiedades mecánicas de productos metálicos porosos, caracterizado porque comprende la impregnación del metal por una solución de una combinación orgánica del fósforo y el caldeo del producto impregnado, en atmósfera reductora, a una temperatura suficiente para provocar la reducción del fósforo y su difusión en el metal.

20.

25.

2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque dichos productos son preparados por fritado de un polvo metálico, efectuándose el fritado antes de la impregnación.

30.

3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la impregnación sobre un polvo metálico, y se dá forma a continuación al polvo impregnado, antes del caldeo,

340681

18 MAY



en atmósfera reductora que se efectúa a una temperatura suficiente para provocar el fritado del citado polvo.

5. 4ª.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque previamente al mencionado caldeo, se seca el metal impregnado a una temperatura del orden de 100º C.

10. 5ª.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la citada solución es una solución de una sal amoniacal de un ácido fosforoso o fosfórico.

15. 6ª.- Procedimiento para mejorar las propiedades mecánicas de productos metálicos porosos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

20.

Madrid

18 MAY. 1957

CORRELS BARTLAE A L'ENCRETE ATOMIQUE,

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY
p. p. Firmado F. Hernández Ruiz