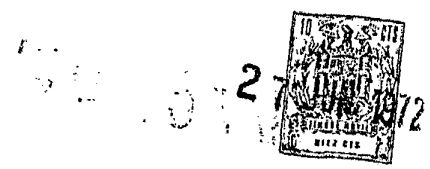


404310



PATENTE DE INVENCIÓN

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

Int. Cl.: B22F

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

S o b r e :

"METODO PARA ENDURECER EL PLOMO POR DISPERSION Y MADURACION"

Solicitante: FUNDACION GOMEZ PARDO, de nacionalidad española,
con domicilio en la calle Rios Rosas, 21 -
MADRID-3

Inventores: D. Juan José Miraved del Valle y
D. José Manuel Ruiz Prieto.



La presente invención se refiere a un método para endurecer el plomo por dispersión y maduración y es de especial aplicación para todos aquellos usos industriales del Pb. que requieran una mayor dureza o rigidez que las propias de este metal. Por ejemplo: placas de acumuladores, caracteres de imprenta, balas, etc.

De los distintos procedimientos de reforzamiento de los metales sólo han sido utilizados hasta hace poco tiempo, en el caso del Pb., aquellos que implican su aleación con otros metales, es decir, el reforzamiento por disolución sólida con o sin ulterior precipitación. En este sentido, se han desarrollado gran número de aleaciones constituidas principalmente por As., Sb., Sn., Ca., Te., con el fin de mejorar sus propiedades de dureza, tenacidad y resistencia a la fluencia. Sin embargo, tales aleaciones presentan inconvenientes de consideración como reducción de resistencia a la corrosión, menor conductividad eléctrica, etc.

En la actualidad se han ensayado otros procedimientos como son: "Dispersión de polvo metálico en plomo fundido", "Atomización de aleaciones", "Atomización de metales" y "Endurecimiento por dispersión de óxido". No obstante, éste último presenta diferencias esenciales con el método creado por nosotros. En efecto, se basa en la obtención de polvos recubiertos de óxido; molienda de los mismos con objeto de romper la costra oxidada, incrustándola simultáneamente en el interior de las partículas; compactación de los polvos y extrusión o laminación de los compactos obtenidos. Este método, si bien produce buenos resultados, resulta complicado y no nos proporciona más que láminas planas o piezas de forma sencilla.



El proceso que se patenta consiste en, una vez seleccionados los polvos de Pb., mezclarlos con polvos de óxidos en proporciones determinadas, y, una vez homogeneizada convenientemente la mezcla, comprimir los polvos en una matriz de forma adecuada. El producto obtenido, compacto en verde, es posteriormente sinterizado, y transcurrido un período de tiempo, durante el cual se aprecia un aumento de dureza, tenemos un producto apto para ser utilizado directamente.

Como puede apreciarse la tecnología empleada es exclusivamente la de la POLVOMETALOTECNIA, lo cual nos permite obtener de una forma directa y con gran precisión productos acabados. Por otra parte, es evidente la economía de materia que logramos, ya que se pueden reducir prácticamente a cero las pérdidas de materias primas; además, al obtener directamente piezas de dimensiones correctas el mecanizado de las mismas es totalmente innecesario. Si a esto añadimos la existencia de prensas totalmente automáticas, con sistemas de llenado, compresión y expulsión del compacto automatizados, así como de hornos de sinterización continuos, vemos que efectivamente la economía que nos proporciona este proceso es enorme.

Mediante el empleo de la técnica expuesta hemos logrado obtener un producto endurecido, no solamente igual a la aleación Pb/Sb. utilizada en la industria de los acumuladores eléctricos como era nuestro objetivo, sino el 8% más duro, presentando además una resistencia eléctrica prácticamente nula y siendo además inerte a la acción del ácido sulfúrico.

La tecnología empleada en la presente invención es exclusivamente la de la POLVOMETALOTECNIA consistente en ob-



tener a partir de polvos metálicos productos resistentes mediante un tratamiento mecánico: compresión, y otro tratamiento térmico: sinterización.

5. Partimos pues de polvos metálicos, Pb. y PbO en sus dos formas alotrópicas, rómbica y tetragonal, y, mediante tamizado rechazamos aquellos polvos cuyas dimensiones sean superiores a 75 micras para el óxido y a 105 micras para el plomo.

10. Seleccionados los polvos puede procederse a un tratamiento de prerreducción del polvo de plomo en atmósfera de H₂ o bien sin necesidad de este tratamiento, se procede a mezclar el Pb. con óxido de plomo en cantidades entre el 5 y 20%. Homogeneizada la mezcla se procede al llenado de la matriz y a la compresión de los polvos, empleando presiones entre 7 y 15. 26 Kg/mm².

20. Extraídos de la matriz los compactos, los cuales poseen la suficiente "estabilidad de forma" como para ser manipulados sin ninguna precaución especial, se procede a sinterizarlos en atmósfera normal, atmósfera neutra o en vacío. Temperaturas empleadas entre 155 C y 310 C. Tiempos de sinterización entre 30 minutos y 150 minutos.

25. Una vez extraídos del horno los compactos sinterizados, se procede a almacenarlos durante un período de tiempo no inferior a 15 días con objeto de que el producto se estabilice. Transcurrido este período de tiempo las piezas fabricadas pueden ser utilizadas.

Descripción detallada del procedimiento:

30. Se parte de polvos de Pb. y de polvos de plomo más PbO. Examinados por difracción de rayos X se determina el análisis de los productos de partida. Los resultados son



Los siguientes:

Polvos de Pb.- Plomo de gran pureza muy ligeramente oxidado.

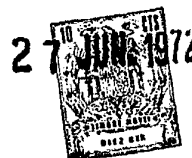
5. Polvos de Pb. más PbO.- Ochenta por ciento de PbO (Litargirio tetragonal con indicios de Litargirio rómbico) y el resto Pb.

10. A continuación se procede a una clasificación granulométrica de ambos polvos y se separan en fracciones. Por una parte, con respecto al polvo de plomo se toman las fracciones siguientes: una menor de 75 micras y otra mayor de 75 micras y menor de 105 micras. Con relación al Pb más PbO (fase dispersa) solamente se selecciona la fracción menor de 75 micras.

15. Posteriormente se procede, utilizando para cada ensayo una de las fracciones separadas de plomo y no una mezcla de ambas, a mezclar los polvos de plomo con distintos porcentajes de fase dispersa. Los resultados obtenidos aconsejan de un 5 a un 25% de fase dispersa.

20. Mezclados lo más homogéneamente posible los constituyentes se procede a llenar con ellos matrices cilíndricas de 25 mm. de diámetro y comprimiendo las distintas mezclas bajo diferentes presiones. Se puede observar que presiones inferiores a 10 Kg/mm^2 nos proporcionan compactos con muy baja "estabilidad de forma", y que presiones superiores a 26 Kg/mm^2 producen la rotura de los compactos.

25. Una vez obtenidos los compactos en verde se procede a sinterizarlos a distintas temperaturas y con distintos tiempos de sinterización. Los resultados obtenidos nos indican que la temperatura correcta está comprendida entre 155
30. y 310 grados centígrados y que el tiempo más adecuado está



comprendido entre sesenta y ciento cincuenta minutos. Si se realiza el experimento en atmósfera neutra y en vacío, los resultados son similares.

5. Una vez sinterizados los compactos se observa que la dureza de los mismos no permanece estable sino que varía aumentando con el tiempo en un intervalo de quince días al cabo del cual se estabilizaba.

10. Durante la sinterización de los compactos no se aprecia ninguna variación de forma, lo que nos permite diseñar las matrices con las dimensiones definitivas. Por otra parte, este hecho hace totalmente innecesario cualquier mecanizado de los productos sinterizados.

A lo largo de toda nuestra experimentación se han realizado los siguientes ensayos:

15. ENSAYO DE DUREZA:

20. Para determinar la dureza se ha procedido a medir el diámetro de la huella que marca una bola de 10 mm. de diámetro sometida a una carga de 31,2 Kg. Evidentemente cuanto mayor es el diámetro de la huella menor será la dureza del material objeto de estudio. Dado que la huella producida sobre una muestra de aleación plomo-antimonio usada en la industria de los acumuladores eléctricos es de 1,85 mm. de diámetro rechazaremos aquellas piezas que, sometidas a ensayo bajo las mismas condiciones, queden marcadas con huellas de mayor diámetro.

25. RESISTENCIA ELECTRICA:

30. Dado que una de las propiedades más características del plomo es su baja resistencia, nos interesa que el plomo endurecido, obtenido por este procedimiento, posea estas características. Realizadas las medidas oportunas se



observa que con las determinadas condiciones de trabajo expuestas, se obtienen resistencias inferiores a 1 ohmio.

RESISTENCIA A LA CORROSION:

Otra de las características notables de este plomo endurecido es su pasividad ante el ataque del ácido sulfúrico. Ensayos realizados en este sentido nos indican que al cabo de 100 días de ataque por dicho ácido las piezas no presentan ningún deterioro.

Vemos pues que bajo determinadas condiciones podemos obtener un plomo de mayor dureza que la aleación Pb/Sb utilizada en la industria de acumuladores eléctricos y además con similares propiedades eléctricas y de resistencia a la corrosión por ácido sulfúrico. Estas condiciones son las siguientes:

- 15. Granulometría de los polvos de Pb. Inferior a 105 micras
- " " " " " PbO. " " 75 "
- Porcentaje de fase dispersa Del 5 al 23%
- Presión de compactación De 5 a 26 Kg/mm²
- Temperatura de sinterización de 155 a 310 grados centígrados.
- 20. Tiempo de sinterización de 30 a 150 minutos
- Atmósfera del horno Aire, neutra y vacío
- Tiempo de maduración natural No inferior a 15 días

Como ejemplo de los resultados por nosotros obtenidos indicamos el de una serie de probetas fabricadas según el esquema siguiente:

- 25. Composición: Pb. inferior a 75 micras, 20% de fase dispersa.
- Compresión: 20 Kg/mm².
- Sinterización: 120 minutos a 250 grados centígrados.
- 30. dos.



Maduración natural: 15 días.

Ensayo de dureza: diámetro de huella 1,75 mm.

Resistencia eléctrica: 6 ohmios.

Corrosión por ácido sulfúrico: nula al cabo de

5. 100 días.

Descrita suficientemente la naturaleza de la invención sólo queda añadir que podrá ser variado todo aquello que no suponga una alteración de la esencialidad del método expuesto en la pasada descripción, la cual deberá ser tomada en su más amplio sentido y no como una limitación de posibilidades de realización.

10.

El solicitante se reserva el derecho de extender esta demanda a los países extranjeros, reivindicando la misma prioridad de la presente solicitud al amparo del Convenio Internacional para la Protección de la Propiedad Industrial.

15.

Igualmente el solicitante se reserva el derecho de introducir en la presente invención cuantos perfeccionamientos sobre la misma puedan derivarse, mediante la solicitud de los correspondientes Certificados de Adición en la forma señalada por la Ley.

20.

N O T A

La patente de Invención, que se solicita por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "METODO PARA ENDURECER EL PLOMO POR DISPERSION Y MADURACION", según las características esenciales de las siguientes:

25.

R E I V I N D I C A C I O N E S

1ª.- Método para endurecer el plomo por dispersión y maduración, caracterizado porque una mezcla homogénea de polvos metálicos de plomo y óxido de plomo, se somete su-

30.





cesivamente a un tratamiento mecánico de compresión y a un tratamiento térmico de sinterización, seguidos ambos tratamientos de un proceso de estabilización.

5. 2ª.- Método para endurecer el plomo por dispersión y maduración, según reivindicación 1ª y caracterizado porque la mezcla homogénea está compuesta de dos fases: una fase compuesta de polvo de plomo con granulometría inferior a 105 micras y una segunda fase o fase dispersa compuesta por polvos de plomo y de óxido de plomo de una granulometría inferior a 75 micras y en una proporción de un 5 a un 25% de fase dispersa.

10. 3ª.- Método para endurecer el plomo por dispersión y maduración, según reivindicaciones 1ª y 2ª y caracterizado porque el plomo componente de los polvos es de gran pureza y ligeramente oxidado y los polvos de plomo más óxido de plomo están en la proporción de 80% de PbO, litargirio tetragonal con indicios de litargirio rómbico, y el resto plomo.

15. 4ª.- Método para endurecer el plomo por dispersión y maduración, según reivindicación 1ª y caracterizado porque la presión de compresión es de 5 a 26 Kg/mm².

20. 5ª.- Método para endurecer el plomo por dispersión y maduración, según reivindicación 1ª y caracterizado porque la temperatura de sinterización está comprendida entre 155 y 310^o C y el tiempo de sinterización está comprendido entre 30 y 150 minutos y preferentemente entre 60 y 150 minutos independientemente de la atmósfera del horno, ya que la sinterización puede hacerse en atmósfera normal, neutra o en vacío.

25. 6ª.- Método para endurecer el plomo por dispersión y maduración, según reivindicación 1ª y caracterizado porque una vez realizado el proceso de sinterización la dureza del



producto alcanza su máximo valor estabilizándose al cabo de unos quince días.

7ª.- METODO PARA ENDURECER EL PLOMO POR DISPERSION Y MADURACION.

5. Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria, que consta de diez hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 JUN. 1972

FUNDACION GOMEZ PARDO.

P.P.

10.

MARCO ANTONIO GOMEZ PARDO

Encargado de la Fundación Gómez Pardo

15.

20.

25.

