



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 177**

51 Int. Cl.:
B22F 1/00 (2006.01)
C22C 33/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05783351 .9**
96 Fecha de presentación : **16.09.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1812187**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **01.08.2007**

54 Título: **Composición de metal en polvo que comprende amidas secundarias como lubricante y/o aglutinante.**

30 Prioridad: **17.09.2004 SE 0402239**
12.01.2005 SE 0500072

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
05.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
05.04.2011

73 Titular/es: **HÖGANÄS AB.**
263 83 Höganäs, SE

72 Inventor/es: **Ahlin, Åsa y**
Ramstedt, Maria

74 Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 356 177 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).

DESCRIPCIÓNCAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a una composición de metal en polvo. Específicamente, la invención se refiere a una composición de metal en polvo que incluye un lubricante y/o aglutinante que comprende al menos una amida secundaria. La invención se refiere además a un método de producción de un cuerpo en verde, un método de producción de una composición de polvo a base de hierro ligada y al uso del lubricante y/o aglutinante.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los polvos de metal en la industria para la fabricación de productos metálicos compactando el polvo de metal en un molde a altas presiones, expulsando el producto compactado del molde y opcionalmente sinterizando el producto. En la mayoría de las aplicaciones pulvimetalúrgicas (PM), en el polvo está comprendido un lubricante con el fin de proporcionar la acción de lubricación necesaria entre las partículas de polvo durante la compactación y entre el molde y el producto compactado durante la expulsión del molde. La lubricación conseguida mediante un lubricante incluido en el polvo de metal se denomina lubricación interna, a diferencia de la lubricación externa, que se consigue aplicando un lubricante a las paredes del molde, en el que se compacta el polvo. Una lubricación insuficiente durante la expulsión da como resultado una fricción excesiva entre el producto compactado y el molde, dando como resultado altas energías de expulsión y el daño de las superficies del molde y de las superficies del producto.

La lubricación interna se consigue usando lubricantes especiales. Normalmente estos lubricantes se mezclan con el polvo a base de hierro o de hierro en forma de polvo.

Algunos lubricantes pueden usarse también para ligar aditivos tales como, por ejemplo elementos de aleación, a las partículas a base de hierro o de hierro. En estos casos los lubricantes funcionan por tanto como agentes ligantes y
5 reducen o eliminan la segregación de los aditivos durante el transporte y la manipulación.

Lubricantes usados comúnmente para aplicaciones PM son jabones metálicos, tales como estearato de litio y zinc. Una desventaja de este tipo de lubricante es que los
10 óxidos de los metales en el lubricante contaminan el interior del horno de sinterización como resultado de la liberación de metales desde el lubricante durante la sinterización, otro problema es que pueden formarse manchas sobre el componente tras la sinterización. Otro lubricante
15 usado comúnmente es etilen-bis-estearamida (EBS). También pueden formarse manchas sobre el componente tras la sinterización cuando se usa este lubricante, pero en menor medida en comparación con el uso de, por ejemplo, estearato de zinc. Debido a que los lubricantes afectan
20 considerablemente las propiedades de compactación y sinterización de los polvos de metal, la optimización de la cantidad, composición y estructura del lubricante usado es de vital importancia para obtener densidades altas y constantes y buenos acabados de superficie de las piezas
25 producidas.

OBJETOS DE LA INVENCION

Un objeto de la presente invención es proporcionar una nueva composición de metal en polvo que comprende un lubricante y/o aglutinante que reduce o elimina los
30 problemas de las altas fuerzas de expulsión y las superficies manchadas de las piezas sinterizadas.

Otros objetos de la invención son proporcionar un método de producción de productos compactados y piezas

sinterizadas o tratadas térmicamente, un método de producción de una composición de metal en polvo ligada y uso del lubricante y/o aglutinante.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

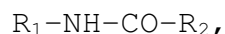
5 Estos objetos se logran mediante la composición de metal en polvo definida en la reivindicación 1, que comprende un polvo a base de hierro y un lubricante y/o aglutinante que comprende al menos una amida secundaria. La invención se refiere además a un método de producción de un
10 cuerpo en verde sometiendo a compactación la composición mencionada anteriormente.

El método de producción de una composición de metal en polvo ligada comprende: mezclar un polvo a base de hierro con al menos una amida secundaria y calentar la
15 mezcla hasta una temperatura superior al punto de fusión de la al menos una amida secundaria.

Adicionalmente, la invención se refiere al uso de la al menos una amida secundaria como agente lubricante y/o ligante para polvos a base de hierro, y a su uso para la
20 lubricación de paredes de moldes.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

El lubricante y/o aglutinante en la composición de metal en polvo según la invención es al menos una amida secundaria que puede definirse mediante la fórmula general:
25



en la que los grupos R_1 y R_2 , que pueden ser iguales o diferentes, son grupos hidrocarbonados alifáticos saturados o insaturados, lineales o ramificados.

Preferiblemente, R_1 y R_2 incluyen independientemente
30 de 10 a 24 átomos de carbono.

Preferiblemente, R_1 y R_2 se seleccionan del grupo que consiste en alquilo y alquenilo.

Los grupos alquilo pueden elegirse de decilo,

undecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo, heptadecilo, octadecilo, nonadecilo, eicosilo, heneicosilo, docosilo, tricosilo, tetracosilo.

Los grupos alquenoilo pueden elegirse de decenilo, undecenilo, dodecenilo, tridecenilo, tetradecenilo, pentadecenilo, hexadecenilo, heptadecenilo, octadecenilo, nonadecenilo, eicosenilo, heneicosenilo, docosenilo, tricosenilo, tetracosenilo.

Ejemplos de amidas secundarias preferidas se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

Fórmula general: R ₁ -NH-CO-R ₂						
Nº de átomos de C de R ₁	Nº de átomos de C de R ₂	R ₁	R ₂	Nombre químico	Estructura química	Nombre común
18	15	Octadecenilo	Pentadecilo	Octadecenilhexadecanamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₈ NHCO(CH ₂) ₁₄ CH ₄	Oleil-palmitamida
18	17	Octadecilo	Heptadecilo	Octadeciloctadecanamida	CH ₃ (CH ₂) ₁₇ NHCO(CH ₂) ₁₆ CH ₃	Estearil-estearamida
18	17	Octadecenilo	Heptadecilo	Octadeceniloctadecanamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₈ NHCO(CH ₂) ₁₆ CH ₃	Oleil-estearamida
18	17	Octadecilo	Heptadecenilo	Octadeciloctadecenenamida	CH ₃ (CH ₂) ₁₇ NHCO(CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₇ CH ₃	Estearil-oleamida
18	17	Octadecenilo	Heptadecenilo	Octadeceniloctadecenenamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₈ NHCO(CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₇ CH ₃	Oleil-oleamida
18	21	Octadecilo	Heneicosenilo	Octadecildocosenenamida	CH ₃ (CH ₂) ₁₇ NHCO(CH ₂) ₁₁ HC=CH(CH ₂) ₇ CH ₃	Estearil-erucamida
18	21	Octadecenilo	Heneicosenilo	Octadeceniloctadecenenamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₁₁ NHCO(CH ₂) ₁₁ HC=CH(CH ₂) ₇ CH ₃	Oleil-erucamida
22	17	Docosenilo	Heptadecilo	Docoseniloctadecanamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₁₂ NHCO(CH ₂) ₁₈ CH ₄	Erucil-estearamida
22	17	Docosenilo	Heptadecenilo	Docoseniloctadecenenamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₁₂ NHCO(CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₇ CH ₃	Erucil-oleamida
22	21	Docosenilo	Heneicosenilo	Docosenildocosenenamida	CH ₃ (CH ₂) ₇ HC=CH(CH ₂) ₁₂ NHCO(CH ₂) ₁₁ HC=CH(CH ₂) ₇ CH ₃	Erucil-erucamida
24	11	Tetracosilo	Undecilo	Tetracocildodecanamida	CH ₃ (CH ₂) ₂₃ NHCO(CH ₂) ₁₀ CH ₃	Lignoceril-lauramida
24	17	Tetracosilo	Heptadecilo	Tetracociloctadecanamida	CH ₃ (CH ₂) ₂₃ NHCO(CH ₂) ₁₆ CH ₃	Lignoceril-estearamida

La cantidad de amidas secundarias puede constituir el 0,05-2,0% en peso de la composición de metal en polvo, preferiblemente el 0,05-1,0% en peso.

Una realización de la invención se refiere a una
5 composición de metal en polvo que comprende un lubricante y/o aglutinante que comprende además al menos una amida primaria además de la al menos una amida secundaria. La al menos una amida primaria es preferiblemente una amida de ácido graso saturado o insaturado que tiene 12-24,
10 preferiblemente 14-22 átomos de C y lo más preferiblemente 16-22 átomos de C.

Amidas primarias especialmente preferidas son amida del ácido esteárico (estearamida), amida del ácido behénico (behenamida), amida del ácido erúcico (erucamida), amida
15 del ácido palmítico (palmitamida) y amida del ácido araquídico (araquidamida).

Las amidas primarias y secundarias según la invención o bien pueden obtenerse comercialmente o bien pueden producirse a partir de material obtenible comercialmente
20 mediante el uso de procesos bien conocidos en la técnica.

La cantidad de amidas primarias y secundarias puede constituir un total del 0,05-2,0% en peso de la composición de metal en polvo, preferiblemente del 0,05-1,0% en peso.

La cantidad de la al menos una amida primaria puede
25 ser del 0,05-1,0% en peso y la cantidad de la al menos una amida secundaria puede ser del 0,05-1,0% en peso para la realización de la invención que comprende ambos tipos de amidas.

El lubricante y/o aglutinante puede añadirse a la
30 composición de metal en polvo en forma de partículas sólidas de cada amida. El tamaño de partícula promedio puede variar, pero es preferiblemente inferior a 150 μm .

Alternativamente, el lubricante y/o aglutinante

pueden añadirse a la composición de metal en polvo como una mezcla particulada fundida y posteriormente solidificada de las amidas. Esto puede lograrse mezclando las amidas en una razón predeterminada, entonces la mezcla se funde, se
5 enfría y posteriormente se tritura para dar un polvo lubricante.

La al menos una amida secundaria según la invención puede usarse como aglutinante para obtener una mezcla ligada, en la que elementos de aleación opcionales y la al
10 menos una amida secundaria se ligan al polvo a base de hierro. Esto puede conseguirse mezclando un polvo a base de hierro con al menos una amida secundaria según la invención, y calentando la mezcla hasta una temperatura superior al punto de fusión de la al menos una amida
15 secundaria. Puede añadirse adicionalmente al menos una amida primaria a la mezcla mencionada anteriormente y entonces la temperatura de calentamiento puede ser inferior al punto de fusión de la amida primaria.

Aparte del lubricante y/o aglutinante dados a conocer
20 anteriormente, la composición de metal en polvo según la invención puede contener, si así se desea, otros lubricantes, tales como estearato de zinc, estearato de litio, EBS, etc.

Para lograr un ligado de la composición de metal en
25 polvo según la invención, pueden usarse otros tipos de sistemas de ligado tales como resinas alquídicas, resinas de éster de celulosa, resinas de hidroxialquilcelulosa que tienen 1-4 átomos de carbono en el grupo alquilo, o resinas fenólicas termoplásticas.

30 Tal como se usa en la descripción y en las reivindicaciones adjuntas, la expresión polvo "a base de hierro" abarca polvo compuesto por hierro puro, polvo de hierro que se ha prealeado con otros elementos que mejoran

la resistencia, las propiedades de endurecimiento, las propiedades electromagnéticas u otras propiedades deseables de los productos finales y partículas de hierro mezcladas con partículas de tales elementos de aleación (mezcla recocida por difusión o mezcla puramente mecánica). Los
5 elementos de aleación son cobre, molibdeno, cromo, manganeso, fósforo, carbono en forma de grafito, níquel, silicio, boro, vanadio, titanio, aluminio, cobalto y tungsteno, que se usan o bien por separado o bien en
10 combinación, por ejemplo en forma de compuestos (Fe_3P y FeMo).

Los polvos a base de hierro pueden usarse para la preparación de piezas magnéticas blandas y pueden, para esta aplicación, aislarse eléctricamente. El aislamiento
15 eléctrico de las partículas de polvo puede realizarse con un material inorgánico. Es especialmente adecuado el tipo de aislamiento dado a conocer en el documento US 6348265, que se refiere a partículas de un polvo de base que consiste esencialmente en hierro puro que tiene una barrera
20 que contiene fósforo y oxígeno aislante. Partículas de polvo aisladas se encuentran disponibles como Somaloy® 500 y 550 de Hoganas AB, Suecia.

Aparte del polvo a base de hierro y el lubricante y/o aglutinante, la composición de metal en polvo según la
25 invención puede contener uno o más aditivos seleccionados del grupo que consiste en adyuvantes de procesamiento y fases duras.

Los adyuvantes de procesamiento usados en la composición de metal en polvo pueden consistir en talco,
30 forsterita, sulfuro de manganeso, disulfuro de molibdeno, azufre, nitruro de boro, difluoruro de bario, selenio, telurio y difluoruro de calcio, que se usan o bien por separado o bien en combinación.

Las fases duras usadas en la composición de metal en polvo pueden consistir en carburos de tungsteno, vanadio, molibdeno, cromo, Al_2O_3 , B_4C y diversos materiales cerámicos.

5 La invención se refiere además a un método de producción de un cuerpo en verde que comprende: compactar la composición de metal en polvo según la invención para dar un cuerpo compactado, en el que la composición comprende un polvo a base de hierro y un lubricante y/o
10 aglutinante que comprende al menos una amida secundaria que tiene la fórmula general: $\text{R}_1\text{-NH-CO-R}_2$, en la que R_1 y R_2 son grupos hidrocarbonados alifáticos saturados o insaturados, lineales o ramificados, iguales o diferentes. El cuerpo compactado puede sinterizarse o tratarse térmicamente.

15 Con la ayuda de técnicas convencionales, el polvo a base de hierro, el lubricante y/o aglutinante y aditivos opcionales pueden mezclarse para dar una composición de polvo sustancialmente homogénea antes de la etapa de compactación.

20 La composición de metal en polvo y/o el molde pueden precalentarse antes de la compactación.

La invención se refiere además al uso de al menos una amida secundaria, definida como anteriormente, como agente lubricante y/o ligante para polvos a base de hierro o de
25 hierro.

Una realización adicional de la invención se refiere al uso de al menos una amida secundaria, definida como anteriormente, como lubricante para paredes de moldes.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA FIGURA

30 La figura 1 muestra la formación de manchas de los componentes tras la sinterización debido al uso de diferentes lubricantes.

1a) Etilen-bis-estearamida (EBS);

1b) Oleil-palmitamida (una amida secundaria según la invención).

La invención se describirá ahora adicionalmente con los siguientes ejemplos no limitativos.

5 EJEMPLOS

En los siguientes ejemplos se han usado lubricantes que tienen las fórmulas dadas a conocer en la tabla 2 a continuación.

Tabla 2

Nombre químico	Fórmula estructural*	Tipo de amida
Ref: Etilen*-bis-estearamida (EBS)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CONH}(\text{CH}_2)_2\text{NHCO}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$	bis-amida
Estearamida (S)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CONH}_2$	Primaria
Araquidamida (A)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{CONH}_2$	Primaria
Erucamida (E)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{11}\text{CONH}_2$	Primaria
Behenamida (B)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{20}\text{CONH}_2$	Primaria
Stearil-estearamida (SS)	$\text{R}_1=\text{C18:0}$ $\text{R}_2=\text{C17:0}$	Secundaria
Erucil-estearamida (ES)	$\text{R}_1=\text{C22:1}$ $\text{R}_2=\text{C17:0}$	Secundaria
Oleil-palmitamida (OP)	$\text{R}_1=\text{C18:1}$ $\text{R}_2=\text{C15:0}$	Secundaria
Estearil-erucamida (SE)	$\text{R}_1=\text{C18:0}$ $\text{R}_2=\text{C21:1}$	secundaria
Oleil-estearamida (OS)	$\text{R}_1=\text{C18:1}$ $\text{R}_2=\text{C17:0}$	secundaria
Estearil-oleamida (SO)	$\text{R}=\text{C18:0}$ $\text{R}_2=\text{C17:1}$	secundaria

10 * Las fórmulas estructurales para las amidas secundarias se refieren a $\text{R}_1\text{-NH-CO-R}_2$ tal como se describió anteriormente.

* No es parte de la invención.

Ejemplo 1

15 Este ejemplo demuestra las propiedades de lubricación de diferentes amidas secundarias y diferentes combinaciones de amidas secundarias y primarias, que se añaden como polvo en mezclas de polvo a base de hierro.

20 Se mezcló el polvo de base ASC 100.29 (disponible de Hoganas AB, Suecia) con un 0,5% en peso de grafito (uf-4 de Kropfmuhl) y un 0,8% en peso de lubricantes, según las

tablas 3 y 4, en una mezcladora Lödige durante 2 minutos. Se usó como referencia etilen-bis-estearamida (EBS, disponible como Licowax TM de Clariant, Alemania). Los lubricantes tenían un tamaño de partícula inferior a 150 μm . Las composiciones que comprendían tanto una amida secundaria como una primaria contenían un 50% de cada amida (un 0,8% en peso de la composición total).

Con el fin de medir las propiedades lubricantes se compactaron anillos con un diámetro interno de 45 mm, un diámetro externo de 55 mm y una altura de 10 mm a temperatura ambiente a tres presiones de compactación diferentes (400, 600 y 800 MPa). Durante la expulsión de las piezas compactadas se registró la fuerza de expulsión. Se midió la densidad en verde de las piezas tras la expulsión y se calculó la energía de expulsión total/área envolvente necesaria para expulsar las muestras del molde.

Las energías de expulsión y densidades resultantes se muestran en las tablas 3 y 4. Se consiguieron menores energías de expulsión cuando se usó la composición de metal en polvo según la invención en comparación con el uso de la composición de referencia que comprendía EBS.

Tabla 3. Densidades y energías de expulsión (amidas secundarias y referencia).

Lubricante	Premezclado					
	Densidad en verde (g/cm^3)			Energía de expulsión (J/cm^2)		
	400 MPa	600 MPa	800 MPa	400 MPa	600 MPa	800 MPa
EBS (Ref)	6,70	7,04	7,17	19,2	26,1	28,2
SS	6,72	7,06	7,19	17,6	24,7	27,9
ES	6,78	7,12	7,23	16,3	20,3	20,8
OP	6,78	7,14	7,25	16,7	21,3	20,3
SE	6,78	7,13	7,24	16,8	21,9	21,8
OS	6,78	7,13	7,24	17,7	21,3	20,5

SO	6,79	7,13	7,23	15,9	21,4	20,4
----	------	------	------	------	------	------

Tabla 4. Densidades y energías de expulsión (amidas secundarias + primarias 1:1 y referencia).

Lubricante	Premezclado					
	Densidad en verde (g/cm ³)			Energía de expulsión (J/cm ²)		
	400 MPa	600 MPa	800 MPa	400 MPa	600 MPa	800 MPa
EBS (Ref)	6,70	7,04	7,17	19,2	26,1	28,2
SS+E	6,69	7,06	7,21	19,1	24,2	23,6
OP+S	6,70	7,06	7,19	18,2	22,1	22,3
ES+S	6,71	7,06	7,19	17,9	21,5	21,8
ES+E	6,72	7,11	7,23	17,8	20,7	19,0

5 Ejemplo 2

Se mezcló el polvo de base ASC 100.29 con un 2% en peso de cobre (-100 μm), un 0,8% en peso grafito y un 0,8% en peso de lubricantes (a) EBS o b) oleil-palmitamida) en una mezcladora Lödige durante 2 minutos. Los lubricantes tenían un tamaño de partícula inferior a 150 μm . Con el fin de medir la formación de manchas tras la sinterización de los componentes, se compactaron componentes cilíndricos con un diámetro de 64 mm y una altura de 32 mm hasta una densidad en verde de 7,1 g/cm³ a temperatura ambiente. El peso de un cilindro era de 700 g. Se sinterizaron los componentes en una atmósfera que contenía N₂/H₂ 90/10 a 1120°C durante 15 minutos.

Se muestran fotografías de los componentes la figura 1a) etilen-bis-estearamida (EBS) y 1b) oleil-palmitamida, mostrando la figura 1a) la formación de manchas a diferencia de la pieza producida a partir de la composición de polvo según la presente invención (1b) que no tiene ninguna mancha.

Ejemplo 3

Este ejemplo demuestra las propiedades de lubricación de diferentes combinaciones de amidas secundarias y primarias, que se han fundido juntas, enfriado y triturado antes de mezclarse con mezclas de polvo a base de hierro.

5 Las combinaciones de lubricantes se prepararon según el siguiente método: se fundieron juntos los lubricantes mezclados, un 50% de amida primaria y un 50% de amida secundaria, a 80-110°C y luego se enfriaron. Entonces se trituraron los materiales hasta un tamaño medio de
10 partícula inferior a 150 μm .

Se mezcló polvo de base ASC100.29 con un 0,5% en peso de grafito y un 0,8% en peso de combinación de lubricantes (véase la tabla 5), en una mezcladora Lödige durante 2 minutos. Con el fin de medir las propiedades de lubricación
15 se compactaron anillos con diámetro interno de 45 mm, diámetro externo 55 mm y una altura 10 mm a tres presiones de compactación diferentes, 400, 600 y 800 MPa a temperatura ambiente. Las energías de expulsión y densidades resultantes se muestran en la tabla 5.

20 Tabla 5. Densidades y energías de expulsión (amidas secundarias + primarias y referencia).

Lubricante	Fundido y solidificado					
	Densidad en verde (g/cm ³)			Energía de expulsión (J/cm ²)		
	400 MPa	600 MPa	800 MPa	400 MPa	600 MPa	800 MPa
EBS (Ref)	6,70	7,04	7,17	19,2	26,1	28,2
SS+E	6,70	7,06	7,20	18,8	22,4	22,6
OP+S	6,71	7,07	7,20	18,5	23,2	24,4
ES+S	6,71	7,07	7,20	18,9	22,7	23,5
ES+E	6,70	7,07	7,20	17,2	19,8	18,0

Al comparar los resultados de prueba de la tabla 5
25 puede observarse que las muestras producidas a partir de la composición de metal en polvo según la invención muestran

menores energías de expulsión en comparación con las muestras producidas a partir del lubricante conocido EBS.

Ejemplo 4

Este ejemplo demuestra las propiedades de lubricación y ligado de diferentes combinaciones de amidas en composiciones de metal en polvo.

Los lubricantes tenían un tamaño de partícula inferior a 150 μm . Se mezcló el polvo de base ASC 100.29 con un 2% en peso de Cu-100, un 0,8% en peso de grafito y un 0,8% en peso de combinación de lubricante/aglutinante según la tabla 6, en una mezcladora Lödige durante 2 minutos. Se mantuvo la mezcla con EBS como referencia mientras que las mezclas que comprendían amidas se calentaban hasta una temperatura superior al punto de fusión de la amida secundaria pero inferior al punto de fusión de la amida primaria durante el mezclado en otra mezcladora seguido de enfriamiento hasta lograr el ligado de los aditivos al polvo de hierro. En esta mezcla la amida secundaria actuará por tanto como aglutinante y la amida primaria actuará como lubricante. Las temperaturas de fusión de las amidas se dan a conocer en la tabla 7.

Además, se midió la energía de expulsión con anillos que tenían un diámetro externo de 55 mm y un diámetro interno de 45 mm y una altura de 10 mm compactados a tres presiones de compactación diferentes, 400, 600 y 800 MPa a temperatura ambiente. Las energías de expulsión y densidades en verde resultantes se muestran en la tabla 8.

Tabla 6. Combinaciones de lubricante/aglutinante para el ejemplo 4.

Amida secundaria 0,2% en peso	Amida primaria 0,6% en peso
ES	B
OP	S

OP	B
EBS (Ref. 1) (0,8% en peso)	

Tabla 7. Temperaturas de fusión de las amidas.

Amida	Temperatura de fusión (°C)
ES	72,9
OP	66,9
B	101,9
S	106,6

5 Tabla 8. Densidades y energías de expulsión (amidas primarias + secundarias y referencia).

Aglutinante/lubricante	Ligado en estado fundido					
	Densidad en verde (g/cm ³)			Energía de expulsión (J/cm ²)		
	400 MPa	600 MPa	800 MPa	400 MPa	600 MPa	800 MPa
ES+B	6,75	7,06	7,19	18,5	24,6	28,1
OP+S	6,73	7,09	7,18	19,3	26,6	28,3
OP+B	6,77	7,08	7,19	19,9	25,3	27,1
EBS (Ref)	6,74	7,06	7,17	21,4	30,8	32,8

Las muestras producidas con la ayuda del lubricante/aglutinante según la invención muestran menores energías de expulsión en comparación con las muestras producidas con el lubricante usado como referencia, es decir EBS. El uso de la composición de polvo que comprende el lubricante/aglutinante según la invención dio como resultado piezas sinterizadas compactadas (sinterizadas en N₂/H₂ 90/10 a 1120°C durante 30 minutos) con excelentes acabados de superficie, es decir esencialmente sin rayones y sin formación de manchas.

Ejemplo 5

Se mezcló un polvo a base de hierro magnético blando grueso, en el que las partículas están rodeadas por un

aislamiento inorgánico, con lubricante de amida secundaria según la tabla 9. Como lubricantes de referencia se usaron las sustancias conocidas estearato de zinc y EBS. La distribución del tamaño de partícula del polvo a base de hierro usado se da a conocer en la tabla 10.

Se transfirieron las mezclas obtenidas a un molde y se compactaron dando muestras de prueba cilíndricas (50 g) que tenían un diámetro de 25 mm, en un movimiento de prensado uniaxial a una presión de compactación de 1100 MPa. El material de molde usado fue acero para herramientas convencional. Durante la expulsión de las muestras compactadas, se registró la fuerza de expulsión. Se calculó la energía total de expulsión/área envolvente necesaria con el fin de expulsar las muestras del molde.

Los resultados de las mediciones relativas a la energía de expulsión, densidad en verde y aspecto superficial en el estado en verde se muestran en la tabla 9. El uso de las composiciones de metal en polvo según la invención dio como resultado que se consiguieran componentes compactados con excelente aspecto superficial y menores energías de expulsión en comparación con las composiciones de referencia.

Tabla 9. Densidades, energías de expulsión y aspecto superficial.

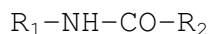
Nº de mezcla	Lubricante (0,2% en peso)	Energía de expulsión (J/cm ²)	Densidad en verde (g/cm ³)	Aspecto superficial
1	ES	76	7,65	Perfecto
2	SE	71	7,66	Perfecto
3	SS	78	7,63	Perfecto
4	OP	76	7,66	Perfecto
Ref. 1	Estearato de zinc	117	7,66	No aceptable
Ref. 2	EBS	113	7,64	Perfecto

Tabla 10

Tamaño de partícula (μm)	Polvo grueso (% en peso)
>425	0,1
425-212	64,2
212-150	34,1
150-106	1,1
106-75	0,3
45-75	0,2
<45	0

REIVINDICACIONES

1.- Composición de metal en polvo, que comprende un polvo a base de hierro seleccionado de hierro puro, polvo de hierro prealeado, recocido por difusión o mezclado mecánicamente con uno o más elementos de aleación seleccionados de Cu, Mo, Cr, Mn, P, C en forma de grafito, Ni, Si, B, V, Ti, Al, Co, W, o mezclas de los mismos y un lubricante y/o aglutinante que comprende el 0,05-2% en peso de al menos una amida secundaria de fórmula general:



caracterizada porque R_1 y R_2 son grupos hidrocarbonados alifáticos saturados o insaturados, lineales o ramificados, iguales o diferentes.

2.- Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que R_1 y R_2 incluyen independientemente de 10 a 24 átomos de carbono.

3.- Composición de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, en la que R_1 y R_2 se seleccionan del grupo que consiste en alquilo y alquenilo.

4.- Composición de acuerdo con la reivindicación 3, en la que los grupos alquilo se eligen de decilo, undecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo, heptadecilo, octadecilo, nonadecilo, eicosilo, heneicosilo, docosilo, tricosilo, tetracosilo.

5.- Composición de acuerdo con la reivindicación 3, en la que los grupos alquenilo se eligen de decenilo, undecenilo, dodecenilo, tridecenilo, tetradecenilo, pentadecenilo, hexadecenilo, heptadecenilo, octadecenilo, nonadecenilo, eicosenilo, heneicosenilo, docosenilo, tricosenilo, tetracosenilo.

6.- Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la amida secundaria se elige de oleil-palmitamida, estearil-estearamida, oleil-estearamida,

estearil-oleamida, oleil-oleamida, estearil-erucamida, oleil-erucamida, erucil-estearamida, erucil-oleamida, erucil-erucamida, lignoceril-lauramida, lignoceril-estearamida.

5 7.- Composición de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además al menos una amida primaria.

8.- Composición de acuerdo con la reivindicación 7, en la que la amida primaria es una amida de un ácido graso lineal, saturado o insaturado, que tiene 12-24 átomos de
10 carbono.

9.- Composición de acuerdo con la reivindicación 7, en la que la amida primaria se selecciona del grupo que consiste en palmitamida, estearamida, araquidamida, behenamida y erucamida.

15 10.- Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en la que el lubricante es particulado.

11.- Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7-9, en la que el lubricante comprende una
20 mezcla particulada fundida y posteriormente solidificada de la al menos una amida secundaria y la al menos una amida primaria.

12.- Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, siendo la composición una mezcla
25 ligada.

13.- Composición de acuerdo con la reivindicación 12, en la que se usa al menos una amida secundaria como agente ligante.

14.- Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en la que las partículas a base de
30 hierro están rodeadas por un recubrimiento inorgánico aislante.

15.- Método de producción de un cuerpo en verde, que

comprende compactar la composición de metal en polvo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9 para dar un cuerpo compactado.

5 16.- Método de acuerdo con la reivindicación 15, que comprende además una etapa de sinterización o tratamiento térmico.

17.- Método de producción de una composición de polvo a base de hierro ligada, que comprende:

10 - mezclar un polvo a base de hierro con al menos una amida secundaria de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9;

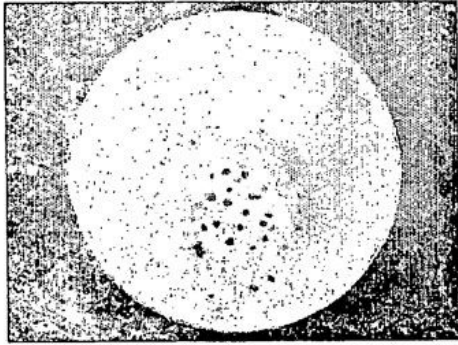
- calentar la mezcla hasta una temperatura superior al punto de fusión de la al menos una amida secundaria.

15 18.- Método de acuerdo con la reivindicación 17, en el que la mezcla comprende además al menos una amida primaria y en el que la temperatura de calentamiento es inferior al punto de fusión de la amida primaria.

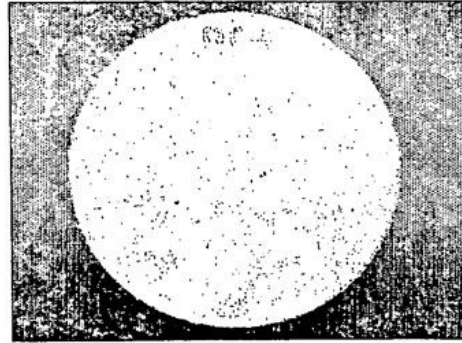
20 19.- Uso de un lubricante y/o aglutinante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, como agente lubricante y/o ligante para polvos a base de hierro.

20.- Uso de un lubricante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, como lubricante para paredes de moldes.

Figura 1.



a) Etilen-bis-estearamida (EBS)



b) Oleil-palmitamida