



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 885**

51 Int. Cl.:

C08K 9/10 (2006.01)

C08L 91/06 (2006.01)

B22F 1/02 (2006.01)

B05D 7/14 (2006.01)

B32B 15/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **98947022 .4**

96 Fecha de presentación : **16.09.1998**

97 Número de publicación de la solicitud: **1023383**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.08.2000**

54

Título: **Composiciones metalúrgicas mejoradas que contienen agente aglutinante/lubricante y procedimientos para prepararlas.**

30

Prioridad: **21.10.1997 US 955382**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
14.04.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
14.04.2011

73

Titular/es: **HOEGANAES CORPORATION**
River Road & Taylors Lane
Riverton, New Jersey 08077, US
AVEKA, Inc.

72

Inventor/es: **Hendrickson, William y**
Luk, Sydney

74

Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 356 885 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).

DESCRIPCION

CAMPO DE LA INVENCIÓN

5 El proceso se refiere a un proceso de revestimiento. La invención se refiere específicamente a la preparación de composiciones metalúrgicas a base de hierro, y más particularmente, a la preparación de composiciones metalúrgicas que contienen un agente aglutinante que también proporciona lubricación durante el proceso de compactación que se usa para conformar una pieza.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

10 El revestimiento de partículas es un proceso importante para modificar partículas y las propiedades superficiales de las partículas. Los métodos para revestimiento de partículas incluyen el proceso Wurster que se describe en las patentes de Estados Unidos 2.648.609; 3.117.027; y 3.253.944 y más recientemente en las patentes de Estados Unidos 4.731.195 y 5.085.930 en las que se fluidizan partículas de alguna manera y a continuación las partículas fluidizadas son revestidas por atomización con materiales de revestimiento disueltos en diversos disolventes o los materiales de revestimiento se atomizan sobre las partículas de núcleo como una masa fundida de baja viscosidad; también se hace revestimiento por atomización en el que las partículas y el material de revestimiento se hacen pasar a través de un atomizador adecuado. Un ejemplo de este método se muestra en la patente de Estados Unidos 4.675.140 en el que el material de revestimiento es un polímero fundido. Un método interesante se presenta en la patente de Estados Unidos 5.262.240 en el que se efectúa el revestimiento mezclando las partículas con un látex y secando la mezcla resultante. En este proceso se produce un agregado revestido. Métodos bien conocidos para el revestimiento de partículas con capas orgánicas pueden usar un agente tensioactivo tal como organosilanos o fluorocarburos para modificar las propiedades superficiales. En este método las partículas se empapan en una disolución y el agente tensioactivo reacciona con la partícula. La patente de Estados Unidos 4.994.326 es un ejemplo de proceso de este tipo y de los materiales que resultan del tratamiento. Finalmente, un método preferido para revestimiento de partícula es la combinación por volteo o la combinación en caliente con alta cizalladura. Una serie de patentes describe este proceso. La patente de Estados Unidos 4.233.387 describe un proceso en el que se tratan vehículos electrofotográficos con resinas termoplásticas aproximadamente a 163°C. A continuación se enfría la mezcla resultante, se tritura, hasta un tamaño apropiado y se usa para cargar el tóner de una fotocopiadora. La patente de Estados Unidos 4.774.139 describe un proceso para revestir parafina sobre resina termoplástica de fusión en caliente. La patente de Estados Unidos 4.885.175 describe un método para revestir un edulcorante con una cera fundida, enfriar la mezcla, y triturar la masa fría al tamaño deseado. Finalmente, como ejemplo de este proceso de combinación con fusión en caliente, la patente de Estados Unidos 4.1356.566 describe el revestimiento de polvos de hierro con un polímero y aditivos mezclando los ingredientes en un mezclador de cizalladura alta a temperaturas por encima del punto de fusión del material de revestimiento de polímero.

35 En todos los casos anteriores los procesos carecen de una serie de aspectos importantes. En el proceso de tipo Wurster, todos los métodos implican que se tenga una partícula que sea fluidizable. Típicamente, esta es una partícula al menos con un tamaño medio de 50 micrómetros. Además, en el proceso de tipo Wurster, si se usan disoluciones como vehículo de revestimiento, se tienen que retirar mediante secado el disolvente, agua o disolvente orgánico. Esto es tedioso para las soluciones acuosas y peligroso para los líquidos inflamables. En los métodos de atomización directa existe la dificultad de separación de las partículas revestidas y las no revestidas. Aun cuando la patente de Estados Unidos 4.675.140 describe un método para separación de partículas, esta técnica no es aplicable universalmente a todos los materiales. Hay dos problemas que impiden la aplicación de métodos de combinación en caliente, en los que la temperatura de proceso está por encima del punto de fusión. En primer lugar, la aglomeración es un efecto secundario no deseado para este proceso. Para muchas aplicaciones, la trituración posterior y el proceso de clasificación pueden ser difíciles o demasiado costosos. En segundo lugar, la operación del proceso por encima del punto de fusión hace que resulten costes de energía más altos, lo que es siempre indeseable. La patente de Estados Unidos 5.147.722 enseña un método en el que se puede hacer el revestimiento de las partículas por debajo del punto de fusión del aglutinante polimérico. Bajo las condiciones de este proceso con mezclado a cizalladura alta y presión aplicada alta, las partículas se revisten, pero se forma una matriz de tipo velo. Sin embargo, para diversas composiciones no se desea la aglomeración y el uso de mezcladores de cizalladura alta y presión alta añade capital y coste de operación extras. La patente de Estados Unidos 5.236.694 también enseña que se puede hacer revestimiento de partícula a una temperatura más baja que el punto de fusión del material de revestimiento. Sin embargo, como en la patente de Estados Unidos 5.147.722 el proceso requiere mezclado a cizalladura alta para obtener un buen revestimiento.

55 El uso de partículas revestidas tiene uso en albañilería decorativa, defensores de pozos de petróleo, enmascaramiento de sabor en las industrias alimentaria y farmacéutica y en la industria de metalurgia en polvo. La industria de metalurgia en polvo ha desarrollado composiciones en polvo a base de metal, generalmente polvos a base de hierro, que se pueden procesar en piezas de metal integrales que tienen diversas formas y tamaños para usos en diversas industrias, que incluyen las industrias de automoción y electrónica. Una técnica de procesamiento para producir las piezas desde los polvos de base es cargar el polvo en una cavidad de molde y compactar el polvo a altas presiones. A continuación se retira el compacto verde resultante de la cavidad de molde y se sinteriza para conformar la pieza final.

5

El uso industrial de piezas de metal fabricadas por compactación y sinterización de composiciones en polvo de metales se está expandiendo rápidamente en una multitud de áreas. La fabricación de estas piezas con composiciones en polvo de metales proporciona beneficios sustanciales en comparación con tener que usar una aleación fundida en el proceso de fabricación. Por ejemplo, las composiciones en polvo de metales permiten que el proceso se efectúe solamente con una máquina de moldeo por compactación a alta presión y un horno de sinterización. Las diferentes piezas se hacen reemplazando simplemente el molde de compactación. Además no hay necesidad de manejar aleaciones fundidas.

10

15

En la fabricación de piezas de este tipo, a menudo se mezclan polvos en partículas de hierro o acero al menos con otro elemento de aleación que también está en forma de partículas. Estos elementos de aleación permiten la consecución de resistencia más alta y otras propiedades mecánicas en la pieza final sinterizada. Los elementos de aleación difieren típicamente de los polvos de base de hierro o acero en tamaño de partícula, forma y densidad. Por ejemplo, el tamaño medio de partícula de los polvos a base de hierro es típicamente aproximadamente 70–100 micrómetros, o más, mientras que el tamaño medio de partícula de la mayoría de los ingredientes de aleación es menos de aproximadamente 20 micrómetros, más a menudo menos de aproximadamente 15 micrómetros, y en algunos casos menos de aproximadamente 5 micrómetros. Los polvos de aleación se usan intencionadamente en tal estado finamente dividido para fomentar la homogeneización rápida de los ingredientes de aleación mediante difusión en estado sólido durante la operación de sinterización.

20

25

La presencia de materiales de diferente tamaño de partícula conduce a problemas tales como segregación y pulverulencia durante el transporte, almacenamiento y uso. Los polvos de hierro y elemento de aleación se combinan inicialmente en un polvo homogéneo. La dinámica de manejo de la mezcla en polvo durante almacenamiento y transferencia provoca que las partículas más pequeñas de polvo de aleación migren a través de los intersticios de la matriz de polvo a base de hierro, lo que da como resultado una pérdida de homogeneidad de la mezcla o segregación. Por otra parte, las corrientes de aire que se pueden desarrollar dentro de la matriz de polvo como resultado del manejo pueden provocar que migren hacia arriba los polvos de aleación más pequeños, particularmente si son menos densos que los polvos de hierro. Si estas fuerzas que hacen flotar son suficientemente grandes, algunas partículas de aleación pueden escapar completamente de la mezcla, en el fenómeno conocido pulverulencia, lo que da como resultado la disminución de la concentración del elemento de aleación.

30

35

Se han usado diversos agentes aglutinantes orgánicos para aglutinar o "pegar" el polvo de aleación más fino a las partículas más gruesas a base de hierro para impedir la segregación y pulverulencia de los polvos que se han de compactar a temperatura ambiente. Por ejemplo, la patente de EE.UU. 4.483.905 otorgada a Engström enseña el uso de un agente aglutinante que se describe en líneas generales que es de "carácter pegajoso y graso" en una cantidad hasta aproximadamente 1% en peso de la composición de polvo. La patente de EE.UU. 4.676.831 otorgada a Engström describe el uso de ciertos tall oil como agentes aglutinantes. Asimismo, la patente de EE.UU. 4.834.800 otorgada a Semel describe el uso de ciertas resinas poliméricas formadoras de película que son insolubles o sustancialmente insolubles en agua como agentes aglutinantes.

40

En la bibliografía de patentes se exponen otros tipos diversos de agentes aglutinantes. Óxidos de polialquileno que tienen pesos moleculares de al menos aproximadamente 7000 se describen como agentes aglutinantes en la patente de EE.UU. 5.298.055. Combinaciones de ácido orgánico dibásico y uno o más componentes adicionales tales como poliéteres sólidos, poliéteres líquidos, y resinas acrílicas como agentes aglutinantes se describen en la patente de EE.UU. 5.290.336. Agentes aglutinantes que se pueden usar con lubricantes de compactación a temperatura alta se describen en la patente de EE.UU. 5.368.630.

45

50

La patente de EE.UU. 5.480.469 ("patente 469") proporciona una breve revisión del uso de agentes aglutinantes en la industria de metalurgia en polvo. La patente 469 destaca que es importante tener no sólo una composición en polvo que tenga el polvo de aleación adherido al polvo a base de hierro por la vía del agente aglutinante, sino tener también un lubricante presente para conseguir compresibilidad adecuada de la composición en polvo dentro del molde y para disminuir las fuerzas que se requieren para retirar la pieza del molde. La patente 469 estudia diversas referencias que describen el uso de un agente aglutinante en conjunción con un polvo lubricante, tal como un jabón de metal, que se ha de combinar con los polvos a base de hierro y los de aleación. A continuación, esta combinación se calienta y se mezcla para fundir el agente aglutinante y el lubricante y para aglutinar el polvo de aleación con el polvo a base de hierro. Esta mezcla se enfría a continuación para formar la composición final. La patente 469 describe una mejora para este tipo de tecnología que usa una cera de diamida como agente aglutinante de modo que no se requiere lubricante de jabón de metal.

55

La presencia de un agente aglutinante no debería afectar desfavorablemente a la compresibilidad de la composición metalúrgica en polvo. La "compresibilidad" de una combinación en polvo es una medida de su comportamiento en diversas condiciones de compactación. En la técnica de la metalurgia en polvo, generalmente se compacta una composición en polvo bajo gran presión en un molde, y la pieza "verde" compactada se retira a continuación del molde y se sinteriza. Se acepta en esta técnica que la densidad, y habitualmente la resistencia, de esta pieza verde varían directamente con la presión de compactación. En términos de "compresibilidad", se dice que una composición en

polvo es más compresible que otra si, a una presión de compactación dada, se puede comprimir a una densidad verde más grande, o como alternativa, si requiere menos presión de compactación para alcanzar una densidad verde especificada. Si el agente aglutinante tiene buenas características de lubricación "interna", potenciará la compresibilidad de la composición en polvo y dará como resultado una densidad más alta a una presión de compactación dada.

5 Por lo tanto, existe necesidad de un proceso de revestimiento que pueda proporcionar un método simple y económico de revestir una diversidad de partículas. En la industria metalúrgica en polvo existe necesidad específica de una composición metalúrgica que contenga el (los) polvo(s) de aleación unidos(s) al polvo a base de hierro en la que esa composición se pueda preparar en un proceso sin disolvente. El agente aglutinante que se use en la composición metalúrgica debería hacer la función de disminuir la cantidad de pulverulencia y/o segregación del (los) polvo(s) de aleación y asimismo no afectar desfavorablemente a la compresibilidad de la composición.

10 El documento US 5.429.792 describe una composición metalúrgica en polvo capaz de ser compactada a temperaturas elevadas que comprende polvo a base de hierro, polvo de aleación, lubricante de compactación a alta temperatura y aglutinante. El aglutinante permite que la composición en polvo unida consiga compresibilidad aumentada en comparación con composiciones en polvo sin unir al tiempo que se reduce la pulverulencia y la segregación del polvo de aleación.

15 El documento US 5.279.640 describe una mezcla en polvo a base de hierro para metalurgia en polvo constituida por una mezcla fundida, como aglomerante, que incluye aproximadamente 0,1% a aproximadamente 1,0% en peso del polvo de al menos un compuesto orgánico que se selecciona entre ácido esteárico, amida de ácido oleico y amida de ácido esteárico, y aproximadamente 0,1% a aproximadamente 1,0% en peso de polvo de bisamida de ácido esteárico; y cuyo remanente es un polvo a base de hierro, a la superficie del cual se adhiere aproximadamente 0,1% a aproximadamente 3,0% en peso de polvo de aleación y/o polvo para mejorar el tratamiento en las máquinas.

20 El documento US 4.834.800 describe una composición en polvo de un polvo a base de hierro y un polvo de aleación, que comprende adicionalmente un agente aglutinante polimérico que es un formador de película adherente y que es insoluble en agua.

25 El documento US 5.554.338 describe un método para preparar un cuerpo sinterizado de material compuesto que tiene porciones interior y exterior ajustadas entre sí. El método incluye las etapas de: (a) preparar un compacto de polvo interior; (b) preparar un compacto de polvo exterior; (c) ajustar los compactos de polvo interior y exterior entre sí de modo que se prepare un compacto de polvo de material compuesto; y (d) sinterizar el compacto en polvo de material compuesto de modo que se prepare el cuerpo sinterizado de material compuesto. Cada uno de los compactos de polvo de material compuesto interior y exterior se hace de un miembro seleccionado entre el grupo constituido por una mezcla en polvo de prevención de segregación de tipo cera y una mezcla en polvo de prevención de segregación de tipo jabón de metal, estando hecho al menos uno de los compactos en polvo de material compuesto interior y exterior de polvo de prevención de segregación de tipo cera.

30 El documento US 5.298.055 describe una composición metalúrgica en polvo que comprende polvo a base de hierro y polvo de aleación y que contiene adicionalmente óxido de polialquileno que tiene un peso molecular medio numérico de al menos aproximadamente 7.000 como aglutinante.

35 El documento US 4.946.499 describe una mezcla en polvo a base de hierro para metalurgia en polvo, que comprende polvo a base de hierro y polvo de aleación y/o polvo para mejorar el tratamiento en las máquinas, en el que el polvo de aleación y/o el polvo para mejorar el tratamiento en las máquinas se adhieren a la superficie del polvo ferroso por medio de un aglutinante que se funde conjuntamente compuesto de un aceite y un jabón de metal o cera.

40 El documento US 4.282.174 describe un proceso para producir artículos metálicos que comprende formar una mezcla de partículas metálicas de metales del grupo del platino, oro o plata, y partículas de material termoplástico, colocar la mezcla en un molde y moldear la mezcla bajo presión y a temperatura elevada.

45 El documento US 4.608.317 describe un método para fabricar un cuerpo sinterizado de metal caracterizado por el uso de las etapas de: mezclar 70 a 90% en peso de polvo de aleación autofluente y 10 a 30% en peso de polvo de metal de punto de fusión alto que tiene un punto de fusión más alto que aquel del polvo de metal autosoluble y en el que el polvo de aleación autofluente es susceptible de ser depositado sobre el mismo para obtener un polvo de metal que tiene propiedad sinterizante; usar un material en el que se amasa 1 a 10% en peso de aglutinante plástico con el polvo de metal que tiene propiedad sinterizante para obtener un cuerpo moldeado que tiene una forma predeterminada; y sinterizar el cuerpo moldeado a una temperatura por encima de la línea de fase líquida del polvo de aleación autofluente.

50

SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención proporciona

Un método para preparar una composición metalúrgica en polvo resistente a la segregación y resistente a la

pulverulencia, que comprende:

(a) proporcionar una mezcla de polvo a base de metal y al menos un polvo de aleación;

5 (b) combinar con dicho polvo a base de metal y dicho al menos un polvo de aleación, un agente aglutinante, en ausencia de disolvente, para formar una combinación inicial, en la que el agente aglutinante es un polímero sólido, de bajo punto de fusión o una cera que tiene una temperatura de reblandecimiento por debajo de 150°C y un tamaño medio de partícula al menos en una dirección entre 0,01 y 50 μm que comprende:

(i) epoxia, cera de parafina, cera de semilla de algodón, o polietileno que tiene un peso molecular medio ponderado por debajo de 4000;

(ii) un aceite vegetal hidrogenado sólido o derivado hidrogenado del mismo; o

10 (iii) una poliolefina sólida, de bajo punto de fusión con un peso molecular medio ponderado por debajo de 3000;

(c) subir la temperatura de la combinación inicial al menos hasta 50°C pero por debajo del punto de fusión del agente aglutinante para efectuar el aglutinamiento entre el polvo a base de metal y al menos un polvo de aleación mediante el agente aglutinante; y

15 (d) bajar la temperatura de la mezcla hasta temperatura ambiente de modo que se forme la composición metalúrgica en polvo,

en la que el polvo a base de metal está presente en una cantidad de al menos 80 por ciento en peso, el polvo de aleación está presente en una cantidad de hasta 5% en peso, y el agente aglutinante está presente en una cantidad entre 0,05 y 2 por ciento en peso, sobre la base del peso total de la composición metalúrgica en polvo.

20 Los polvos a base de metal que se pueden revestir en conformidad con la presente invención incluyen hierro, cobre, níquel, cobalto, cromo, aluminio, cinc, silicio, manganeso, plata, oro, platino, paladio, titanio, sus aleaciones y combinaciones de los mismos. Las partículas de núcleo pueden estar en cualquier forma tal como gránulos, escamas, fibras, y partículas aciculares en las que al menos una dimensión, sobre un promedio en número, está en el intervalo de 10 μm a 10 mm, preferiblemente en el intervalo de 20 μm a 7,5 mm y lo más preferiblemente en el intervalo de 25–10000 μm .

25 El material de revestimiento, también denominado agente o material aglutinante en este documento, es un polímero sólido de bajo punto de fusión o una cera, por ejemplo, un polímero o cera que tiene una temperatura de reblandecimiento por debajo de 150°C, y preferiblemente entre aproximadamente 65–95°C. Ejemplos de agentes aglutinantes poliméricos sólidos incluyen poliésteres, polietilenos, que tienen pesos moleculares medios ponderados por debajo de 4000, epoxias y uretanos. Ejemplos de ceras incluyen parafinas, bisestearamidas de etileno, y ceras de semilla de algodón. El agente aglutinante sólido también puede ser de poliolefinas con pesos moleculares medios ponderados por debajo de 3000, y aceites vegetales hidrogenados sólidos que son triglicéridos de restos alquilo C_{14-24} y derivados de los mismos, que incluyen derivados hidrogenados, por ejemplo aceite de semilla de algodón, aceite de haba de soja, aceite de jojoba, y mezclas de los mismos. El material sólido de revestimiento se reduce a un tamaño medio de partícula, al menos en una dimensión, entre 0,01 y 50 micrómetros, preferiblemente entre 0,01 y 20 micrómetros.

35 El proceso de revestimiento de la presente invención es un proceso de unión "en seco" que no requiere disolvente para el agente aglutinante. El proceso que se usa implica el mezclado de un agente aglutinante adecuado en el intervalo de tamaño de partícula preferido, con las partículas de núcleo, y las partículas de aleación o los aditivos a temperaturas ambiente o elevadas. A continuación se mezcla suavemente la combinación usando un mezclador convencional en condiciones de baja cizalladura. Se calienta la mezcla al menos a 50°C, pero por debajo del punto de fusión del agente aglutinante, se combina, y a continuación se enfría para proporcionar el producto final.

40 El agente aglutinante preferido para aplicaciones de metalurgia en polvo es cera de polietileno. La cera de polietileno se introduce preferiblemente en la mezcla de los polvos a base de metal y en los de aleación en su estado sólido. Si se introduce en su estado sólido, se puede usar en diversas formas tales como esferas, fibras, o escamas. Se obtienen resultados particularmente ventajosos usando cera de polietileno en forma de esferas que tienen un tamaño medio de partícula por debajo de aproximadamente 50, y preferiblemente por debajo de aproximadamente 30 μm .

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

50 La presente invención se refiere a un proceso mejorado para la preparación de composiciones metalúrgicas en polvo resistentes a la segregación y resistentes a la pulverulencia. Las composiciones de metalurgia en polvo comprenden un polvo a base de metal, preferiblemente un polvo de metal a base de hierro, en mezcla al menos con un polvo de aleación, y un agente aglutinante para adherir el polvo de aleación al polvo a base de metal. El agente aglutinante preferido para las aplicaciones de metalurgia en polvo es una cera de polietileno que tiene un peso molecular medio ponderado por

debajo de aproximadamente 4000, más preferiblemente por debajo de aproximadamente 2000 μm . Se ha encontrado que el uso de cera de polietileno como agente aglutinante para la composición metalúrgica en polvo proporciona superior resistencia a la pulverulencia/segregación y también proporciona comportamiento mejorado de resistencia y expulsión del compacto verde.

5 La partículas que se pueden revestir en conformidad con la presente invención incluyen polvos de metales tales como hierro, cobre, níquel, cobalto, cromo, aluminio, cinc, silicio, manganeso, plata, oro, platino, paladio, titanio, sus aleaciones y combinaciones de los mismos. Las partículas de núcleo pueden estar en cualquier forma tal como gránulos, escamas, fibras, y piezas aciculares en las que al menos una dimensión, sobre un promedio en número, está en el intervalo de 10 μm a 10 mm, preferiblemente en el intervalo de 20 μm a 7,5 mm y lo más preferiblemente en el intervalo de 25–10000 μm .

15 Las composiciones de metalurgia en polvo que se obtienen mediante la presente invención comprenden polvos de metal de la clase que se usa generalmente en la industria de metalurgia en polvo, tales como polvos a base de hierro y polvos a base de níquel. Los polvos de metal constituyen una porción mayoritaria de la composición metalúrgica en polvo, y constituyen al menos aproximadamente 80 por ciento en peso, preferiblemente al menos aproximadamente 90 por ciento en peso, y más preferiblemente al menos aproximadamente 95 por ciento en peso, de la composición.

Ejemplos de polvos "a base de hierro", según se usa este término en este documento, son polvos de hierro sustancialmente puro, polvos de hierro prealeado con otros elementos (por ejemplo, elementos que producen acero) que potencian la resistencia, capacidad de endurecimiento, propiedades electromagnéticas, u otras propiedades deseables del producto final, y polvos de hierro a los que se han unido por difusión otros elementos de este tipo.

20 Polvos de hierro sustancialmente puro que se pueden usar en la invención son polvos de hierro que contienen no más de aproximadamente 1,0% en peso, preferiblemente no más de aproximadamente 0,5% en peso, de impurezas normales. Ejemplos de polvos de hierro de calidad metalúrgica, altamente compresibles de este tipo son las series ANCORSTEEL 1000 de polvos de hierro puro, por ejemplo 1000, 1000B, y 1000C, disponibles de Hoeganaes Corporation, Riverton, Nueva Jersey. Por ejemplo, el polvo de hierro ANCORSTEEL 1000 tiene un perfil granulométrico típico de aproximadamente 22% en peso de partículas por debajo del tamiz N° 325 (serie de EE.UU.) y aproximadamente 10% en peso de partículas mayores del tamiz N° 100 con el resto entre estos dos tamaños (cantidades en trazas mayores del tamiz N° 60). El polvo de ANCORSTEEL 1000 tiene una densidad aparente de aproximadamente 2,85–3,00 g/cm^3 , típicamente 2,94 g/cm^3 . Otros polvos de hierro que se pueden usar en la invención son polvos de hierro en esponja típicos, tales como ANCOR MH–100 en polvo de Hoeganaes.

30 El polvo a base de hierro puede incorporar uno o más elementos de aleación que potencian las propiedades mecánicas y algunas otras de la pieza metálica final. Los polvos a base de hierro de este tipo pueden ser polvos de hierro, preferiblemente hierro sustancialmente puro, que se han prealeado con uno o más elementos de este tipo. Se pueden preparar polvos prealeados haciendo una masa fundida de hierro y los elementos de aleación deseados, y atomizando a continuación la masa fundida, con lo que las gotículas atomizadas forman el polvo tras la solidificación.

35 Ejemplos de elementos de aleación que se pueden prealea con el polvo de hierro incluyen, pero sin limitación, molibdeno, manganeso, magnesio, cromo, silicio, cobre, níquel, oro, vanadio, columbio (niobio), grafito, fósforo, aluminio, y combinaciones de los mismos. La cantidad que se incorpora del elemento o elementos de aleación depende de las propiedades deseadas en la pieza final de metal hasta un máximo de 5% en peso. Polvos de hierro prealeados que incorporan elementos de aleación de este tipo están disponibles de Hoeganaes Corp. como piezas de su línea de polvos ANCORSTEEL.

45 Un ejemplo adicional de polvos a base de hierro son los polvos a base de hierro que se unen por difusión que son partículas de hierro sustancialmente puro que tienen una capa o revestimiento de otro u otros metales, tales como los elementos que producen acero, que se difunden en sus superficie externas. Polvos disponibles comercialmente de este tipo incluyen polvo unido por difusión DISTALLOY 4600A de Hoeganaes Corporation, que contiene aproximadamente 1,8% de níquel, aproximadamente 0,55% de molibdeno, y aproximadamente 1,6% de cobre, y polvo unido por difusión DISTALLOY 4800A de Hoeganaes Corporation, que contiene aproximadamente 4,05% de níquel, aproximadamente 0,55% de molibdeno, y aproximadamente 1,6% de cobre.

50 Un polvo a base de hierro preferido es el de hierro prealeado con molibdeno (Mo). El polvo se produce atomizando una masa fundida de hierro sustancialmente puro que contiene de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,5 por ciento en peso de Mo. Un ejemplo de polvo de este tipo es polvo de acero ANCORSTEEL 85HP de Hoeganaes, que contiene aproximadamente 0,85 por ciento en peso de Mo, menos de aproximadamente 0,4 por ciento en peso, en total, de otros materiales tales como manganeso, cromo, silicio, cobre, níquel, molibdeno o aluminio, y menos de aproximadamente 0,02 por ciento en peso de carbono. Otro ejemplo de polvo de este tipo es polvo de acero ANCORSTEEL 4600V de Hoeganaes, que contiene aproximadamente 0,5–0,6 por ciento en peso de molibdeno, aproximadamente 1,5–2,0 por ciento en peso de níquel, y aproximadamente 0,1–0,25 por ciento en peso de manganeso y menos de aproximadamente 0,02 por ciento en peso de carbono.

Otro polvo a base de hierro prealeado que se puede usar en la invención se describe en la patente de EE.UU. N° 5.108.493, titulada "Steel Powder Admixture Having Distinct Pre-alloyed Powder of Iron Alloys". Esta composición de polvo de acero es una mezcla de dos polvos a base de hierro prealeados diferentes, siendo uno de ellos una prealeación de hierro con 0,5–2,5 por ciento en peso de molibdeno, siendo el otro una prealeación de hierro con carbono y al menos con aproximadamente 25 por ciento en peso de un componente de elemento de transición, en el que este componente comprende al menos un elemento que se selecciona entre el grupo que consiste en cromo, manganeso, vanadio, y niobio. La mezcla está en proporciones que suministran al menos aproximadamente 0,05 por ciento en peso del componente de elemento de transición a la composición de polvo de acero. Un ejemplo de polvo de este tipo está disponible comercialmente como polvo de acero ANCORSTEEL 41 AB de Hoeganaes, que contiene aproximadamente 0,85 por ciento en peso de molibdeno, aproximadamente 1 por ciento en peso de níquel, aproximadamente 0,9 por ciento en peso de manganeso, aproximadamente 0,75 por ciento en peso de cromo, y aproximadamente 0,5 por ciento en peso de carbono.

Otros polvos a base de hierro que son útiles en la práctica de la invención son polvos ferromagnéticos. Un ejemplo es un polvo de hierro prealeado con cantidades pequeñas de fósforo.

Los polvos a base de hierro que son útiles en la práctica de la invención también incluyen polvos de acero inoxidable. Estos polvos de acero inoxidable están disponibles comercialmente en diversas calidades en la series ANCOR® de Hoeganaes, tales como los polvos de ANCOR® 303L, 304L, 316L, 410L, 430L, 434L, y 409Cb.

Las partículas de hierro o hierro prealeado pueden tener un tamaño de partícula medio ponderado tan pequeño como un micrómetro o inferior, o hasta aproximadamente 850–1000 μm , pero generalmente las partículas tendrán un tamaño de partícula medio ponderado en el intervalo de aproximadamente 10–500 μm . Se prefieren partículas de hierro o hierro prealeado que tengan un tamaño de partícula medio ponderado máximo de aproximadamente 350 μm ; más preferiblemente las partículas tendrán un tamaño de partícula medio ponderado en el intervalo de aproximadamente 25–150 μm , y lo más preferiblemente 80–150 μm .

El polvo de metal que se usa en la presente invención también puede incluir polvos a base de níquel. Ejemplos de polvos "a base de níquel", según se usa este término en este documento, son los polvos de níquel sustancialmente puro, y los polvos de níquel prealeado con otros elementos que potencian la resistencia, capacidad de endurecimiento, propiedades electromagnéticas, u otras propiedades deseables del producto final. Los polvos a base de níquel se pueden mezclar con cualquiera de los polvos de aleación que se han mencionado previamente con respecto a los polvos a base de hierro. Ejemplos de polvos a base de níquel incluyen los disponibles comercialmente como los polvos ANCORSPRAY® de Hoeganaes tales como los polvos de N–70/30 Cu, N–80/20, y N–20.

El polvo a base de metal también puede incluir cualquier combinación de los polvos a base de metal descritos.

Las composiciones metalúrgicas en polvo que se pueden obtener mediante la presente invención también incluyen una cantidad minoritaria de al menos un polvo de aleación. Según se usa en este documento, "polvos de aleación" se refieren a materiales que son capaces de alearse con el polvo a base de metal tras la sinterización. Los polvos de aleación que se pueden mezclar con polvos a base de metal de la clase anteriormente descrita son los que se conocen en las técnicas metalúrgicas para potenciar la resistencia, capacidad de endurecimiento, propiedades electromagnéticas, u otras propiedades deseables del producto final sinterizado. Los elementos que producen acero están entre los que se conocen mejor de estos materiales. Ejemplos específicos de materiales de aleación incluyen, pero sin limitación, molibdeno, manganeso, cromo, silicio, cobre, níquel, estaño, vanadio, columbio (niobio), carbono metalúrgico (grafito), fósforo, aluminio, azufre elementales y combinaciones de los mismos. Otros materiales de aleación adecuados son aleaciones binarias de cobre con estaño o fósforo; ferroaleaciones de manganeso, cromo, boro, fósforo, o silicio; eutécticos ternarios y cuaternarios de bajo punto de fusión de carbono y dos o tres de hierro, vanadio, manganeso, cromo, y molibdeno; carburos de tungsteno o silicio; nitruro de silicio; y sulfuros de manganeso o molibdeno.

Los polvos de aleación están en forma de partículas que generalmente son de tamaño más fino que las partículas de polvo de metal con las que se mezclan. Las partículas de aleación generalmente tienen un tamaño de partícula medio ponderado por debajo de aproximadamente 100 μm , preferiblemente por debajo de aproximadamente 75 μm , más preferiblemente por debajo de aproximadamente 30 μm , y lo más preferiblemente en el intervalo de 5–20 μm . La cantidad de polvo de aleación presente en la composición dependerá de las propiedades deseadas en la pieza sinterizada final, hasta 5% en peso del peso total de la composición en polvo. Un intervalo preferido adecuado para la mayoría de las aplicaciones es aproximadamente 0,25–4,0% en peso de la composición en polvo total.

El agente aglutinante de la presente invención incluye polímeros sólidos de punto de fusión bajo o ceras que tienen una temperatura de reblandecimiento por debajo de 150°C, preferiblemente entre aproximadamente 50°–110°C, y más preferiblemente entre 65°–95°C. Ejemplos de agentes aglutinantes poliméricos incluyen poliésteres, polietilenos que tienen pesos moleculares medios ponderados por debajo de 4000, epoxias, y uretanos. Ejemplos de ceras incluyen parafinas, bisestearamida de etileno (ACRAWAX), y cera de semilla de algodón. El agente aglutinante también puede incluir poliolefinas sólidas con pesos moleculares medios ponderados por debajo de 3000, y aceites vegetales

hidrogenados sólidos que se pueden describir generalmente como triglicéridos que tienen cadenas laterales C₁₄₋₂₄, y derivados de los mismos, que incluyen derivados hidrogenados, tales como aceites de semilla de algodón, aceite de haba de soja, y aceites de jojoba, y combinaciones de los mismos.

5 El agente aglutinante se reduce a un tamaño de partícula medio al menos en una dimensión entre 0,01 y 50 µm y lo más preferiblemente en el intervalo entre 0,01 y 20 µm. Por lo tanto, se prefieren partículas en forma de esferas, gránulos aciculares, escamas, o fibras. Métodos para preparar el material aglutinante para tener un tamaño de partícula pequeño incluyen triturado, machacado, secado por atomización, atomización de masa fundida, extrusión, raspado, y reacción directa. Lo más preferiblemente se usa atomización de masa fundida para preparar el material aglutinante en los intervalos de tamaño anteriormente enumerados. Se pueden añadir más aditivos al material aglutinante según se necesite
10 tales como pigmentos, otros metales, compuestos inorgánicos tales como sales, grafito, o negro de carbono, óxidos inorgánicos tales como aluminato, sílice, y titanía.

15 Un agente aglutinante preferido para uso en la presente invención particularmente para aplicaciones de metalurgia en polvo es una cera sólida de polietileno que tiene un peso molecular medio ponderado por debajo de 4000, preferiblemente 2000 o inferior, y generalmente de 100 a 4000, e incluso más preferiblemente de 500 a 2000. Ceras de polietileno adecuadas están disponibles comercialmente de Petrolite Specialty Polymers Group como series Polywax, tales como Polywax 500 y Polywax 2000. La cera de polietileno tiene preferiblemente una viscosidad en estado fundido en el intervalo de 1 a 500 cps, más preferiblemente entre aproximadamente 3 y 50 cps. El punto de fusión de la cera de polietileno está preferiblemente entre 50°C y 200°C, más preferiblemente entre 75°C y 130°C.

20 Un tamaño medio de partícula preferido para el agente aglutinante, tal como la cera de polietileno, para aplicaciones de metalurgia en polvo, está entre aproximadamente 1 y aproximadamente 50, e incluso más preferiblemente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 25 µm para ayudar en el contacto entre el agente aglutinante y el hierro y los polvos de aleación durante el proceso de combinación. Se pueden usar partículas esféricas que tengan tamaños por encima de estos intervalos, pero se ha encontrado que, en tales casos, se debería aumentar la temperatura del proceso de combinación para asegurar una unión adecuada. Si el agente aglutinante en partículas no es esférico, al menos una dimensión de las partículas está dentro de los intervalos indicados para las partículas esféricas. El tamaño de partícula de los agentes aglutinantes se puede determinar por métodos tales como técnicas de difracción por láser. El tamaño de partícula de los agentes aglutinantes se puede reducir a estos intervalos mediante técnicas de atomización por pulverización conocidas comúnmente en la industria.

30 La composición metalúrgica en polvo se puede preparar por diversas técnicas de combinación. Es común a todas las técnicas que la combinación del agente aglutinante de polímero o cera con los polvos a base de metal y polvos de aleación se realiza a una temperatura de combinación de polvo de al menos 50°C, generalmente en el intervalo entre aproximadamente 50–190°C, más preferiblemente entre aproximadamente 65–90°C.

35 El agente aglutinante se combina con los polvos a base de metal y los de aleación a una temperatura por debajo del punto de fusión del agente aglutinante para mejorar las propiedades del compacto verde y limitar las fuerzas de expulsión que se requieren para retirar el compacto de la cavidad del molde. Así, en ciertas situaciones, se prefiere combinar el agente aglutinante sólido con los polvos a base de metal y los de aleación a una temperatura entre 3–35 grados Celsius, preferiblemente entre 5–30 grados Celsius, y más preferiblemente entre 8–25 grados Celsius, por debajo del punto de fusión del agente aglutinante. Por ejemplo, se ha encontrado que se obtienen propiedades beneficiosas cuando se usa polietileno que tiene un punto de fusión de aproximadamente 88°C, un M_w de aproximadamente 500, y un tamaño de partícula medio ponderado de aproximadamente 20 µm para combinar el material de polietileno con los polvos a base de metal y los de aleación a una temperatura de aproximadamente 65°C.

45 Se puede combinar inicialmente el polvo a base de metal con el (los) polvo(s) de aleación para formar una mezcla homogénea en condiciones de temperatura ambiente o a temperaturas de combinación elevadas. El agente aglutinante, ya sea parcialmente o completamente precalentado, se puede calentar a continuación con los polvos a base de metal y los de aleación en un recipiente apropiado en el que la temperatura de la combinación de polvo se puede mantener al nivel deseado durante un tiempo suficiente para poner en contacto una porción sustancial, si no entera, de los polvos a base de metal y los de aleación. Preferiblemente, se continúa la combinación del agente aglutinante hasta que se obtiene una mezcla homogénea. Como alternativa, el agente aglutinante se puede mezclar con los polvos a base de metal y los de aleación, y la mezcla se puede calentar a continuación a la temperatura de combinación elegida apropiada y se realiza el mezclado a esa temperatura o intervalo de temperatura hasta que se obtiene una combinación homogénea. En uno u otro proceso, la composición combinada se enfría a continuación a temperatura ambiente con mezclado opcional intermitente o continuo.

50 La concentración del agente aglutinante en la composición metalúrgica (que contiene los polvos a base de metal y los de aleación junto con otros lubricantes, etc.) está en el intervalo de 0,05 a 2, preferiblemente de 0,25 a 1,5, y más preferiblemente de 0,5 a 1, por ciento en peso. Concentraciones del agente aglutinante por debajo de estos niveles no dan como resultado una unión eficaz entre el polvo de aleación y el polvo a base de metal, y concentraciones por encima de estos niveles generalmente dan como resultado densidad verde y propiedades de resistencia más pobres.

Después de la combinación del agente aglutinante en la composición metalúrgica, y preferiblemente después de que la combinación se haya enfriado hasta cierto punto, típicamente al menos por debajo del punto de fusión del agente aglutinante, y preferiblemente por debajo de aproximadamente 65°C, más preferiblemente por debajo de aproximadamente 50°C y más preferiblemente por debajo de aproximadamente 40°C, y comúnmente cuando la composición está a temperatura ambiente, se puede añadir opcionalmente un lubricante convencional y mezclarlo hasta que se obtiene una composición homogénea. La cantidad de lubricante que se añade puede oscilar desde aproximadamente 0,01 hasta aproximadamente 2, preferiblemente desde aproximadamente 0,05 a aproximadamente 1 por ciento en peso de la composición metalúrgica final. Lubricantes típicos incluyen compuestos de estearato tales como estearatos de litio, cinc, manganeso, y calcio disponibles comercialmente de Witco Corp.; ceras tales como bis-estearamidas de etileno y poliolefinas disponibles comercialmente de Shamrock Technologies, Inc.; mezclas de estearatos de cinc y litio, disponibles comercialmente de Alcan Powders & Pigments como Ferrolube M, y mezclas de bis-estearamidas de etileno con estearatos de metal tales como Witco ZB-90, estearatos de metal y ceras sintéticas tales como "ACRAWAX" o "PM 100" disponible de Glyco Chemical Company.

Las composiciones metalúrgicas en polvo que se describen anteriormente, se pueden compactar a continuación en un molde para formar una pieza de metal en conformidad con las prácticas convencionales. El compacto verde resultante se puede sinterizar a continuación en conformidad con las prácticas convencionales.

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos, que no se pretende que sean limitantes, presentan ciertas realizaciones y ventajas de la presente invención. Salvo que se indique otra cosa, los porcentajes están sobre base de peso.

En todos los ejemplos (excepto en la composición de CONTROL en el ejemplo 1), las composiciones metalúrgicas se prepararon mezclando en primer lugar el polvo a base de hierro (ANCORSTEEL 1000B de Hoeganaes Corporation) con los polvos de aleación, y calentando posteriormente esta mezcla a una temperatura de aproximadamente 93°C. Esta mezcla caliente se cargó a continuación a un recipiente mezclador calentado a la temperatura de prueba y se realizó el mezclado hasta que la composición alcanzó la temperatura de prueba. A continuación se añadió el agente aglutinante al recipiente de mezclado y se realizó mezclado continuo hasta que se obtuvo una combinación homogénea. La composición combinada se enfrió a continuación a temperatura ambiente con mezclado intermitente para mejorar la operación de enfriamiento.

Los polvos de aleación usados fueron polvo de grafito (Asbury calidad 3203) 2 a 6 µm y polvo de níquel (International Nickel Inc., calidad INCO 123).

A continuación se compactaron las composiciones en barras verdes en un molde a una presión de 772 N/mm² y a una temperatura de molde y polvo de aproximadamente 63°C.

Las propiedades físicas de las composiciones metalúrgicas y de las barras verdes y sinterizadas se determinaron generalmente en conformidad con los siguientes métodos de prueba y fórmulas:

<u>Propiedad</u>	<u>Método de prueba</u>
Densidad aparente	ASTM B212-76
Flujo (seg/50g)	ASTM B213-77
Densidad verde (g/cc)	ASTM B331-76
Resistencia verde (kPa)	ASTM B312-76

Expansión verde

$$E.V. (\%) = \frac{100[(\text{long. de la barra verde}) - (\text{long. del molde})]}{\text{long. del molde}}$$

La presión de arranque mide la fricción estática que se tiene que superar para iniciar la expulsión de una pieza compactada desde un molde. Se calculó como el cociente de la carga necesaria para iniciar la expulsión dividida por el área de la sección transversal de la pieza que está en contacto con la superficie del molde, y se reseña como unidades de kPa.

La presión de deslizamiento es una medida de la fricción cinética que se tiene que superar para continuar la expulsión de la pieza desde la cavidad del molde; se calcula como el cociente de la carga media observada cuando la

pieza atraviesa la distancia desde el punto de compactación hasta la boca del molde, dividida por el área superficial de la pieza, y se reseña como unidades de kPa.

5 La resistencia a la pulverulencia de las composiciones metalúrgicas de prueba se determinó usando el método de prueba que se expone en la patente de EE.UU. N° 5.368.630. Las mezclas se probaron respecto a resistencia a la pulverulencia elutriándolas con un flujo de nitrógeno controlado. El aparato de prueba consistió en un tubo de vidrio cilíndrico montado verticalmente en un frasco Erlenmeyer de dos litros con una acometida lateral para recibir el flujo de nitrógeno. El tubo de vidrio (175 mm de longitud, 25 mm de diámetro interior) estaba provisto de un tamiz de malla 400 situado aproximadamente 25 mm por encima de la boca del frasco. Se colocó una muestra de la mezcla que se ha de probar (20–25 gramos) sobre el tamiz y se hizo pasar nitrógeno por el tubo a un caudal de dos litros por minuto durante 15 minutos. A la terminación de la prueba, se analizó la muestra para determinar la cantidad relativa de polvo de aleación que queda en la mezcla (expresada como porcentaje de la concentración antes de la prueba del polvo de aleación), lo que es una medida de la resistencia de la composición a la pérdida del polvo de aleación por pulverulencia y/o segregación.

Ejemplo 1

15 El siguiente ejemplo ilustra que la temperatura a la que se aplica un agente aglutinante de polietileno a los polvos a base de metal y de aleación es importante para la eficacia de la aglutinación entre el polvo a base de metal y los polvos de aleación.

20 En este ejemplo, la composición metalúrgica comprendía 96,25% de ANCORSTEEL 1000B como polvo a base de metal, junto con 2% de polvo de níquel y 1% de polvo de grafito como polvos de aleación, además de 0,75% de Polywax 500, que es un agente aglutinante de polietileno que tiene un M_n de aproximadamente 500 y un punto de fusión de 88°C. El Polywax 500 usado para la prueba tenía un tamaño de partícula medio ponderado de aproximadamente 20 μm . Esta distribución de tamaño de partícula se obtuvo tomando el producto de Polywax 500 que tenía un tamaño de partícula medio de 2 mm y pulverizando por atomización el polímero.

25 La composición "Unida" se preparó en conformidad con los procedimientos del ejemplo general anteriormente expuestos en los que la temperatura de combinación era 65°C y la composición de "Control" se preparó combinando conjuntamente los constituyentes de la composición a temperatura ambiente. La densidad aparente de la muestra de Control fue de 3,03 g/cc y fue de 2,83 g/cc para la muestra Unida; ninguna muestra exhibía fluidez.

30 La Tabla 1 muestra la resistencia a la pulverulencia y la eficacia de unión del agente aglutinante de polietileno, las propiedades verdes de los compactos, y los valores de las fuerzas de expulsión del molde de las dos composiciones. La combinación de la composición con el agente aglutinante de polietileno a una temperatura de aproximadamente 65°C dio como resultado un aumento significativo de la resistencia a la pulverulencia de la composición y un aumento en la resistencia verde del compacto. La densidad verde también se aumentó indicando que el agente aglutinante de polietileno cuando se aplica a una temperatura de combinación más alta proporciona cierta lubricación interna para la composición durante la compactación.

TABLA 1

	COMPOSICIONES DE PRUEBA	
	CONTROL	UNIDA
Propiedades verdes		
Densidad verde (g/cm ³)	7,15	7,20
Resistencia verde (kPa)	17988	22753
Expansión verde (%)	0,14	0,15
Comportamiento de expulsión		
Presión de arranque (kPa)	28264	25511
Presión de deslizamiento (kPa)	11721	9653
Resistencia a pulverulencia		
% C	65,6	94,0
% Ni	24,7	67,6

Ejemplo 2

Se usaron diversos niveles del agente aglutinante de polietileno usado en el Ejemplo 1 para verificar la resistencia a la pulverulencia en varias composiciones metalúrgicas preparadas combinando en seco el agente aglutinante con los polvos a base de metal y los de aleación en conformidad con los procedimientos generales del ejemplo anteriormente expuestos. Las composiciones de prueba contenían 2% de níquel y 1% de grafito como polvos de aleación. Las composiciones contenían 0,5%, 0,75%, y 1% de polietileno (Polywax 500) siendo el remanente de la composición un polvo a base de hierro, ANCORSTEEL 1000B de Hoeganaes. La temperatura de prueba para la etapa de combinación del polietileno con el resto de la composición metalúrgica en polvo fue 65°C. La densidad aparente de las muestras fue 2,92, 2,83, y 2,89, respectivamente para las muestras del 0,5%, 0,75%, y el 1%; las muestras no exhibieron fluidez.

La Tabla 2 muestra la resistencia a la pulverulencia y la eficacia de unión de diversos niveles del agente aglutinante de polietileno, las propiedades verdes de los compactos, y los valores de las fuerzas de expulsión del molde para las tres composiciones. El aumento de la concentración de polietileno dio como resultado una resistencia a la pulverulencia superior y fuerzas de expulsión más bajas, sin embargo se encontró que disminuyeron la densidad y la resistencia verdes.

TABLA 2

	COMPOSICIONES DE PRUEBA		
	0,5% Agente aglutinante	0,5% Agente aglutinante	0,5% Agente aglutinante
Propiedades verdes			
Densidad verde (g/cm ³)	7,25	7,20	7,14
Resistencia verde (kPa)	25511	22753	22063
Expansión verde (%)	0,16	0,15	0,19
Comportamiento de expulsión			
Presión de arranque (kPa)	33784	25511	24821
Presión de deslizamiento (kPa)	13100	9653	8963

Resistencia a pulverulencia			
% C	90,0	94,0	98,0
% Ni	40,2	67,6	73,1

Ejemplo 3

5 La combinación del agente aglutinante de polietileno con los polvos a base de hierro y los de aleación se realizó a diversas temperaturas usando el agente aglutinante descrito en el Ejemplo 1. Las composiciones de prueba contenían 2% de níquel y 1% de grafito como polvos de aleación en conjunción con 96,25% de polvo a base de hierro de ANCORSTEEL 1000B junto con 0,75% de polietileno. Las temperaturas de combinación probadas en cuanto a la temperatura de la masa de las composiciones mixtas en polvo fueron 38°C, 65°C, 77°C, y 104°C.

10 Las composiciones de prueba combinadas a 65°C y a 77°C se prepararon en conformidad con los procedimientos generales anteriormente resumidos. La composición de prueba combinada a 38°C se preparó mezclando inicialmente los polvos a base de hierro y los de aleación y combinándolos en un recipiente que se mantiene a 38°C con la posterior adición del polietileno a una temperatura de combinación de 38°C. La composición de prueba combinada a 104°C se preparó calentando inicialmente los polvos a base de hierro y los de aleación a 93°C y combinándolos en un recipiente que se mantiene a 93°C, con la posterior adición del polietileno a una temperatura de combinación de 104°C. La densidad aparente de las muestras fue 2,88, 2,83, 2,90, y 2,92, respectivamente para las muestras de prueba de 38°C, 65°C, 77°C, y 15 104°C; las muestras no exhibieron fluidez.

20 La Tabla 3 muestra la resistencia a la pulverulencia y la eficacia de unión a diversas temperaturas de combinación para el polietileno, las propiedades verdes de los compactos, y los valores de las fuerzas de expulsión del molde para las cuatro composiciones. Se encontró que el polietileno no efectúa la unión hasta que se alcanza una temperatura de combinación de aproximadamente 65°C. A temperaturas de combinación más altas se redujo la lubricación interna y externa del polietileno dando como resultado unas densidades verdes que disminuyen y presiones de expulsión que aumentan, respectivamente.

TABLA 3

	Composiciones de prueba–Temperatura de combinación			
	38°C	65°C	77°C	104°C
Propiedades verdes				
Densidad verde (g/cm ³)	7,16	7,20	7,18	7,17
Resistencia verde (kPa)	19995	22753	21374	24821
Expansión verde (%)	0,21	0,15	0,19	0,19
Comportamiento de expulsión				
Presión de arranque (kPa)	26200	25511	28264	29643
Presión de deslizamiento (kPa)	10342	9653	10342	10342
Resistencia a pulverulencia				
% C	47	94,0	98	98
% Ni	24	68	75	78

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una composición metalúrgica en polvo resistente a la segregación y resistente a la pulverulencia, que comprende:
- (a) proporcionar una mezcla de polvo a base de metal y al menos un polvo de aleación;
- 5 (b) combinar con dicho polvo a base de metal y dicho al menos un polvo de aleación, un agente aglutinante, en ausencia de disolvente, para formar una combinación inicial, en la que el agente aglutinante es un polímero sólido, de bajo punto de fusión o cera que tiene una temperatura de reblandecimiento por debajo de 150°C y un tamaño medio de partícula al menos en una dirección entre 0,01 y 50 µm que comprende:
- 10 (i) epoxia, cera de parafina, cera de semilla de algodón, o polietileno que tiene un peso molecular medio ponderado por debajo de 4000;
- (ii) un aceite vegetal hidrogenado sólido o derivado hidrogenado del mismo; o
- (iii) una poliolefina sólida, de bajo punto de fusión con un peso molecular medio ponderado por debajo de 3000;
- 15 (c) subir la temperatura de la combinación inicial al menos a 50°C pero por debajo del punto de fusión del agente aglutinante para efectuar el aglutinamiento entre el polvo a base de metal y al menos un polvo de aleación mediante el agente aglutinante; y
- (d) bajar la temperatura de la mezcla a temperatura ambiente de modo que se forme la composición metalúrgica en polvo,
- 20 en la que el polvo a base de metal está presente en una cantidad de al menos 80 por ciento en peso, el polvo de aleación está presente en una cantidad hasta 5% en peso y el agente aglutinante está presente en una cantidad entre 0,05 y 2 por ciento en peso, sobre la base del peso total de la composición metalúrgica en polvo.
2. Un método según la reivindicación 1, en el que el polvo de aleación está presente en una cantidad entre 0,25 y 4,0 por ciento en peso.
3. Un método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el agente aglutinante comprende epoxia, cera de parafina o cera de semilla de algodón.
- 25 4. Un método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el agente aglutinante comprende polietileno sólido que tiene un peso molecular medio ponderado por debajo de 4000.
5. Un método según la reivindicación 4, en el que el agente aglutinante de polietileno tiene un peso molecular medio ponderado de 2000 o menos.
- 30 6. Un método según la reivindicación 4 o la reivindicación 5, en el que la composición metalúrgica comprende entre 0,25 y 2 por ciento en peso de agente aglutinante de polietileno.
7. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que el agente aglutinante de polietileno tiene un peso molecular medio numérico entre 500 y 2000.
- 35 8. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 7, en el que el agente aglutinante es polietileno que tiene un peso molecular entre 500 y 2000 y el tamaño medio de partícula del polietileno antes de la etapa de combinación está entre 1 y 25 micrómetros.
9. Un método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el agente aglutinante es una poliolefina sólida, de bajo punto de fusión con un peso molecular medio ponderado por debajo de 3000.
- 40 10. Un método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el agente aglutinante es un aceite vegetal hidrogenado sólido o derivado hidrogenado del mismo.
11. Un método según cualquier reivindicación precedente, en el que la composición comprende al menos 80 por ciento en peso de polvo a base de hierro.