



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 357 741**

51 Int. Cl.:  
**B22F 1/00** (2006.01)  
**B22F 3/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03751717 .4**  
96 Fecha de presentación : **22.10.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1554071**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.07.2005**

54 Título: **Método de preparación de componentes a base de hierro mediante compactación con presiones elevadas.**

30 Prioridad: **22.10.2002 SE 0203134**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**29.04.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**29.04.2011**

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

72 Inventor/es: **Kejzelman, Mikhail;**  
**Skoglund, Paul y**  
**Vidarsson, Hilmar**

74 Agente: **No consta**

ES 2 357 741 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).

# ES 2 357 741 T3

## DESCRIPCIÓN

Método de preparación de componentes a base de hierro mediante compactación con presiones elevadas.

### 5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un método para la preparación de componentes que tienen alta densidad usando composiciones de polvo de metal útiles dentro de la industria metalúrgica en polvo. La invención se define en las reivindicaciones 1-10.

10 Existen varias ventajas al usar métodos metalúrgicos en polvo para producir partes estructurales en comparación con procedimientos de alineación convencionales de acero de densidad completa. Así, el consumo de energía es mucho más bajo y la utilización de material mucho más alta. Otro factor importante a favor de la vía metalúrgica en polvo es que pueden producirse componentes con forma de red o forma casi de red directamente tras el proceso de sinterización sin procesos de conformación costosos tales como torneado, fresado, perforación o rectificación. Sin embargo, normalmente un material de acero de densidad completa tiene propiedades mecánicas superiores en comparación con componentes de PM. Esto se debe principalmente a la aparición de porosidad en los componentes de PM. Por tanto, el esfuerzo ha sido aumentar la densidad de los componentes de PM con el fin de alcanzar valores lo más cercanos posible al valor de densidad de un acero de densidad completa.

20 Entre los métodos usados con el fin de alcanzar una densidad superior de los componentes de PM, el proceso de forja de polvo tiene la ventaja de que pueden obtenerse componentes de densidad completa. Sin embargo, este proceso es costoso y se utiliza principalmente para la producción en masa de componentes más pesados, tales como bielas. También pueden obtenerse materiales de densidad completa mediante presiones elevadas a altas temperaturas, tal como en prensado isostático en caliente, HIP, pero también este método es costoso.

30 Usando compactación en caliente, un proceso en el que la compactación se realiza a una temperatura elevada, normalmente a de 120 a 250°C, la densidad puede aumentarse en aproximadamente 0,2 g/cm<sup>3</sup>, lo que da como resultado una mejora considerable de las propiedades mecánicas. Sin embargo, una desventaja es que el método de compactación en caliente implica procesamiento e inversión adicionales. Otros procedimientos, tales como prensado doble, sinterización doble, sinterización a temperaturas elevadas, etc., pueden aumentar adicionalmente la densidad. También estos métodos añadirán costes de producción adicionales, reduciendo por tanto la eficacia de costes global.

35 Con el fin de expandir el mercado para los componentes metalúrgicos en polvo y utilizar las ventajas con la técnica metalúrgica en polvo, existe por tanto la necesidad de un método sencillo, menos caro, para lograr comprimidos de alta densidad con resistencia mecánica, dinámica y estática, mejorada.

### **Sumario de la invención**

40 Se ha encontrado ahora que pueden obtenerse componentes de alta densidad utilizando altas presiones de compactación en combinación con polvos gruesos. En vista del conocimiento general, que usaba convencionalmente polvos, es decir, polvos que incluían partículas finas, que no pueden compactarse hasta altas densidades sin problemas con, por ejemplo, superficies dañadas o deterioradas de los comprimidos, este hallazgo es bastante inesperado. Específicamente, el método según la presente invención incluye las etapas de proporcionar un polvo a base de hierro esencialmente libre de partículas finas; mezclar opcionalmente dicho polvo con grafito y otros aditivos; compactar uniaxialmente el polvo en un molde a alta presión y extraer el cuerpo crudo, que posteriormente se sinteriza.

### **Descripción detallada de la invención**

50 El término "alta densidad" pretende significar comprimidos que tienen una densidad de aproximadamente al menos 7,3 g/cm<sup>3</sup>. Por supuesto, pueden producirse también componentes con densidades inferiores pero se cree que son de menos interés.

55 El polvo a base de hierro según la presente invención incluye polvo de hierro puro, tal como polvo de hierro atomizado, polvo de hierro esponjoso, polvo de hierro reducido; polvo de acero parcialmente aleado por difusión; y polvo de acero completamente aleado. El polvo de acero parcialmente aleado por difusión es preferiblemente un polvo de acero aleado parcialmente con uno o más de Cu, Ni y Mo. El polvo de acero completamente aleado es preferiblemente un polvo de acero aleado con Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, W, Nb, Ti, Al, P, S y B. También son de interés polvos de acero inoxidable.

60 En lo que respecta a la forma de las partículas, se prefiere que las partículas tengan una forma irregular, tal como se obtiene mediante atomización con agua. También pueden ser de interés polvos de hierro esponjoso que tienen partículas de forma irregular.

65 Una característica crítica de la invención es que el polvo usado tiene partículas gruesas, es decir, el polvo no tiene esencialmente partículas finas. La expresión "no tiene esencialmente partículas finas" pretende significar que menos de aproximadamente el 5% de las partículas de polvo tienen un tamaño inferior a 45 μm, medido mediante el método descrito en la norma SS-EN24 497. Hasta la fecha, los resultados más interesantes se han logrado con

## ES 2 357 741 T3

5 polvos que consisten esencialmente en partículas por encima de aproximadamente 106  $\mu\text{m}$  y particularmente por encima de aproximadamente 212  $\mu\text{m}$ . La expresión "consiste esencialmente" pretende significar que al menos el 50%, preferiblemente al menos el 60% y lo más preferiblemente al menos el 70% de las partículas tienen un tamaño de partícula superior a 106 y 212  $\mu\text{m}$ , respectivamente. El tamaño de partícula máximo puede ser de aproximadamente 2 mm. La distribución de tamaño de partícula para polvos a base de hierro usados en la fabricación de PM se distribuye normalmente con una distribución gaussiana con un diámetro de partícula promedio en la región de 30 a 100  $\mu\text{m}$  y aproximadamente el 10-30% inferior a 45  $\mu\text{m}$ . Pueden obtenerse polvos a base de hierro esencialmente libres de partículas finas eliminando las fracciones más finas del polvo o fabricando un polvo que tenga la distribución de tamaño de partícula deseada.

10 La influencia de la distribución de tamaño de partícula y la influencia de la forma de las partículas sobre las propiedades de compactación y las propiedades del cuerpo compactado han sido objeto de intensos estudios. Así, la patente estadounidense 5.594.186 revela un método de producción de componentes de PM con una densidad superior al 95% de la densidad teórica utilizando partículas de metal aciculares, sustancialmente lineales, que tienen una sección transversal triangular. Tales partículas se producen de manera adecuada mediante un proceso de mecanizado o fresado.

15 Se usan también polvos que tienen partículas gruesas para la fabricación de componentes magnéticos blandos. Así, la patente estadounidense 6 309 748 da a conocer un polvo ferromagnético, cuyas partículas tienen un tamaño de diámetro de entre 40 y 600  $\mu\text{m}$ . A diferencia de las partículas de polvo a base de hierro según la presente invención, estas partículas de polvo están dotadas de un recubrimiento.

20 En la patente estadounidense 4.190.441 se da a conocer una composición de polvo para la producción de componentes magnéticos blandos sinterizados. En esta patente, el polvo de hierro incluye partículas con menos del 5% superando 417  $\mu\text{m}$ , y menos de aproximadamente el 20% de las partículas de polvo tienen un tamaño inferior a 147  $\mu\text{m}$ . Esta patente enseña que, debido al bajísimo contenido en partículas inferiores a 147  $\mu\text{m}$ , las propiedades mecánicas de componentes fabricados a partir de este polvo grueso, sumamente puro, son muy bajas. Además, esta patente enseña que si se desea una resistencia superior, no es posible aumentar el contenido en partículas con un tamaño inferior a 147  $\mu\text{m}$  sin deteriorar simultáneamente las propiedades magnéticas blandas. Por tanto, este polvo se mezcla con cantidades específicas de ferrofósforo. No se menciona en esta patente el grafito, que puede usarse en las composiciones según la presente invención, y además la presencia de grafito deterioraría las propiedades magnéticas.

25 Se dan a conocer también mezclas de polvo que incluyen partículas gruesas en la patente estadounidense 5225459 (documento EP 554 009) que también se refiere a mezclas de polvo para la preparación de componentes magnéticos blandos. Ninguna de estas mezclas de polvo incluye grafito.

30 Dentro del campo de la forja de polvo, se sabe además que pueden usarse polvos a base de hierro aleados previamente con partículas gruesas. La patente estadounidense 3 901 661 da a conocer tales polvos. Esta patente da a conocer que puede incluirse un lubricante y específicamente que la cantidad de lubricante debe ser del 1% en peso (ejemplo 1). Si los polvos según la presente invención se mezclaran con una cantidad tan alta de este tipo de lubricante, no sería posible sin embargo lograr las altas densidades.

35 Con el fin de obtener comprimidos que tengan propiedades sinterizadas mecánicas satisfactorias de la parte sinterizada según la presente invención, es necesario añadir ciertas cantidades de grafito a la mezcla de polvo que va a compactarse. Por tanto, antes de la compactación podría añadirse grafito en cantidades de entre el 0,1-1, preferiblemente el 0,2-1,0 y lo más preferiblemente el 0,2-0,8% en peso de la mezcla total que va a compactarse.

40 Pueden añadirse otros aditivos al polvo a base de hierro antes de la compactación, tales como elementos de aleación que comprenden Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, W, Nb, Ti, Al, P, S y B. Estos elementos de aleación pueden añadirse en cantidades de hasta el 10% en peso. Aditivos adicionales son compuestos potenciadores de la maquinabilidad, material de fase dura y agentes de flujo.

45 El polvo a base de hierro puede combinarse también con un lubricante antes de que se transfiera al molde (lubricación interna). El lubricante se añade para minimizar la fricción entre las partículas de polvo de metal y entre las partículas y el molde durante una etapa de compactación, o prensado. Ejemplos de lubricantes adecuados son, por ejemplo, estearatos, ceras, ácidos grasos y derivados de los mismos, oligómeros, polímeros y otras sustancias orgánicas con efecto de lubricación. Los lubricantes se añaden preferiblemente en forma de partículas pero también pueden unirse a y/o recubrir las partículas. Según la presente invención, la cantidad de lubricante añadida al polvo a base de hierro puede variar entre el 0,05 y el 0,6%, preferiblemente entre el 0,1-0,5% en peso de la mezcla.

50 El método según la invención puede realizarse también con el uso de lubricación externa (lubricación de las paredes del molde), en la que a las paredes del molde se les proporciona un lubricante antes de efectuarse la compactación. También puede usarse una combinación de lubricación externa e interna.

55 La expresión "a alta presión de compactación" pretende significar a presiones de aproximadamente al menos 800 MPa. Se obtienen resultados más interesantes con presiones superiores tales como presiones por encima de 900, preferiblemente por encima de 1000, más preferiblemente por encima de 1100 MPa.

## ES 2 357 741 T3

La compactación convencional a altas presiones, es decir, presiones por encima de aproximadamente 800 MPa con polvos usados convencionalmente que incluyen partículas más finas, en mezcla con bajas cantidades de lubricantes (inferiores al 0,6% en peso), se considera generalmente inadecuada debido a las altas fuerzas requeridas con el fin de extraer los comprimidos del molde, el consiguiente alto desgaste del molde y el hecho de que las superficies de los componentes tienden a ser menos brillantes o a deteriorarse. Usando los polvos según la presente invención, se ha encontrado inesperadamente que la fuerza de extracción se reduce a altas presiones, de aproximadamente 1000 MPa, y que pueden obtenerse componentes que tienen superficies aceptables o incluso perfectas también cuando no se usa lubricación de las paredes del molde.

La compactación puede realizarse con equipo convencional, lo que significa que el nuevo método puede realizarse sin inversiones caras. La compactación se realiza uniaxialmente en una única etapa a temperatura ambiente o elevada. Alternativamente, la compactación puede realizarse con la ayuda de una máquina de percusión (modelo HYP 35-4 de Hydropulsor) tal como se describe en la publicación de patente WO 02/38315.

La sinterización puede realizarse a temperaturas normalmente usadas dentro del campo de PM, por ejemplo a temperatura convencional entre 1080 y 1160°C o a temperaturas superiores por encima de 1160°C y en atmósferas usadas convencionalmente.

Pueden aplicarse también otros tratamientos del componente crudo o sinterizado, tales como mecanizado, endurecimiento superficial, densificación de superficie u otros métodos usados en la tecnología de PM.

En resumen, las ventajas obtenidas usando el método según la presente invención son que pueden producirse comprimidos crudos de alta densidad de manera rentable. El nuevo método también permite la producción de componentes superiores que son difíciles de producir usando la técnica convencional. Adicionalmente, puede usarse equipo de compactación convencional para producir comprimidos de alta densidad que tienen un acabado superficial aceptable o incluso perfecto.

Ejemplos de productos que pueden fabricarse adecuadamente mediante el nuevo método son bielas, engranajes y otras piezas estructurales sometidas a altas cargas. Usando polvos de acero inoxidable resultan especialmente interesantes las bridas.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos.

### Ejemplo 1

Se compararon dos composiciones de polvo a base de hierro diferentes según la presente invención con una composición de polvo a base de hierro convencional. Se produjeron las tres composiciones con Astaloy Mo disponible de Höganäs AB, Suecia. Se añadieron un 0,2% en peso de grafito y un 0,4% en peso de un lubricante (Kenolube™) a las composiciones. En una de las composiciones de polvo a base de hierro según la invención, se eliminaron partículas del Astaloy Mo con un diámetro inferior a 45  $\mu\text{m}$  y en la otra composición según la invención se eliminaron partículas de Astaloy Mo inferiores a 212  $\mu\text{m}$ . Se realizó la compactación a temperatura ambiente y en equipo convencional. Tal como puede observarse a partir de la figura 1-1, se obtiene un claro aumento de densidad a todas las presiones de compactación, teniendo el polvo un tamaño de partícula superior a 212  $\mu\text{m}$ .

La figura 1-2 muestra que, con el fin de obtener componentes sin superficies deterioradas, el factor más importante es la reducción o eliminación de las partículas más pequeñas, es decir, partículas por debajo de 45  $\mu\text{m}$ . Además, a partir de esta figura puede observarse que la fuerza necesaria para la extracción de los comprimidos producidos mediante la composición de polvo a base de hierro sin partículas inferiores a 212  $\mu\text{m}$  se redujo considerablemente en comparación con la fuerza de extracción necesaria para comprimidos producidos a partir de la composición de polvo a base de hierro convencional que tiene aproximadamente el 20% de las partículas inferiores a 45  $\mu\text{m}$ . La fuerza de extracción necesaria para comprimidos producidos a partir de la composición de polvo a base de hierro según la invención sin partículas inferiores a 45  $\mu\text{m}$  se reduce también en comparación con el polvo convencional.

Un fenómeno notable es que la fuerza de extracción para comprimidos producidos según la presente invención disminuye con el aumento de la presión de extracción mientras que sucede lo contrario para la composición convencional.

También se observó que los comprimidos obtenidos cuando se compactó el polvo convencional a una presión superior a 700 MPa tenían superficies deterioradas y por consiguiente no eran aceptables. Los comprimidos que se obtuvieron cuando se compactó el polvo esencialmente sin partículas inferiores a 45  $\mu\text{m}$  a una presión superior a 700 MPa tenían una superficie menos brillante que, al menos en determinadas circunstancias, es aceptable.

### Ejemplo 2

Se repitió el ejemplo 1 pero como lubricante se usó un 0,5% de EBS (bisestearamida de etileno) y se realizó la compactación con la ayuda de una máquina de percusión (modelo HYP 35-4 de Hydropulsor, Suecia).

## ES 2 357 741 T3

A partir de la figura 2-1 y 2-2, respectivamente, puede notarse que se obtuvieron densidades en crudo superiores y fuerzas de extracción inferiores con la composición de polvo según la invención en comparación con la composición de polvo con el polvo convencional. También puede observarse que los componentes producidos a partir del polvo convencional tienen superficies deterioradas a todas las presiones de compactación.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

# ES 2 357 741 T3

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de comprimidos crudos de alta densidad que comprende las siguientes etapas:

5 proporcionar un polvo a base de hierro atomizado, que comprende opcionalmente Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, W, Nb, Ti, Al, P, S y B, en el que menos del 5% de las partículas de polvo a base de hierro tienen un tamaño inferior a  $45\ \mu\text{m}$ ;

10 mezclar dicho polvo con el 0,1-1,0% en peso de grafito y un lubricante en una cantidad entre el 0,05 y el 0,6% en peso, opcionalmente agentes potenciadores de la maquinabilidad, materiales de fase dura y agentes de flujo;

compactar uniaxialmente el polvo en un molde a una presión de compactación de al menos 800 MPa; y extraer el cuerpo crudo del molde.

15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la compactación se realiza en una única etapa.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que al menos el 50%, preferiblemente al menos el 60% y lo más preferiblemente al menos el 70% del polvo a base de hierro consiste en partículas que tienen un tamaño de partícula superior a  $106\ \mu\text{m}$ .

20 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que al menos el 50%, preferiblemente al menos el 60% y lo más preferiblemente al menos el 70% del polvo a base de hierro consiste en partículas que tienen un tamaño de partícula superior a  $212\ \mu\text{m}$ .

25 5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el tamaño de partícula máximo es de 2 mm.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la compactación se realiza en un molde lubricado.

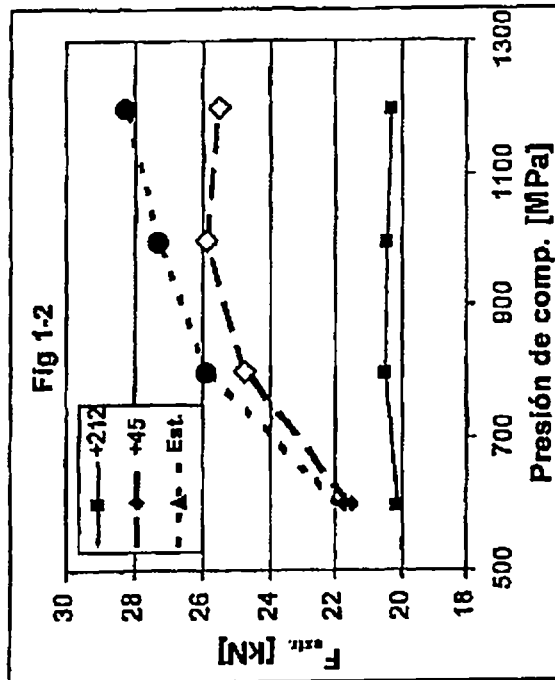
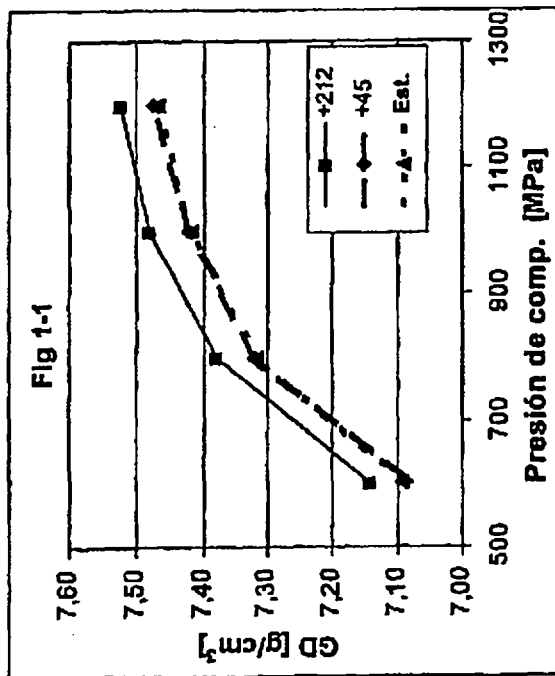
30 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la compactación se realiza a una presión de al menos 900 MPa, más preferiblemente al menos 1000 MPa y lo más preferiblemente superior a 1100 MPa.

35 8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que la compactación se realiza a temperatura ambiente.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que la compactación se realiza a temperatura elevada.

40 10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9 para preparar productos sinterizados, incluyendo además dicho procedimiento una única etapa de sinterización a una temperatura superior a  $1100^\circ\text{C}$ .

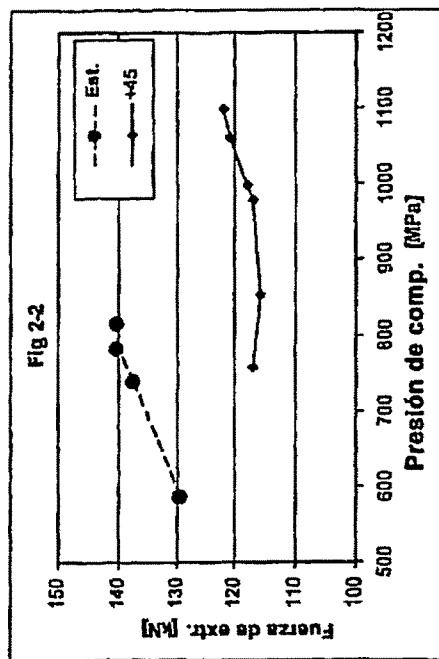
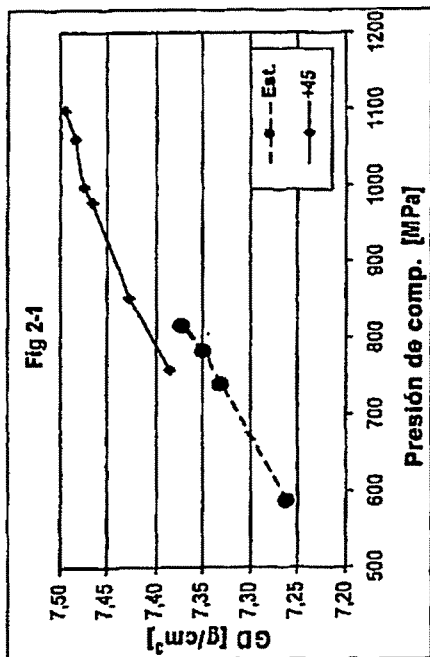
### Ejemplo 1



◇ = Superficie menos brillante

⊙ = Superficie deteriorada

Ejemplo 2



⊗ Superficie deteriorada

