



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 418**

51 Int. Cl.:

**C01G 49/00** (2006.01)

**C21B 13/00** (2006.01)

**B22F 9/16** (2006.01)

**C22B 7/00** (2006.01)

**C22C 33/02** (2006.01)

**B22F 9/22** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06024908 .3**

96 Fecha de presentación : **01.12.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1927580**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.06.2008**

54

Título: **Procedimiento para la producción de polvo de hierro o polvo de acero a partir de polvo de óxido de hierro a través de oxidación y reducción.**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**23.05.2011**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**23.05.2011**

73

Titular/es: **Michael J. Ruthner**  
**Aichereben 11**  
**4865 Nussdorf am Attersee, AT**

72

Inventor/es: **Ruthner, Michael J.**

74

Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 359 418 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).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de polvo de hierro o polvo de acero a partir de polvo de óxido de hierro a través de oxidación y reducción

- 5 **[0001]** La invención se refiere a un procedimiento para la producción de polvo de hierro adecuado para la metalurgia del polvo o de polvo de acero microaleado.
- 10 **[0002]** Se conoce a partir del documento GB 1 219 674 un procedimiento para la producción de polvo de acero con las siguientes etapas: a partir de líquidos de decapado residuales de ácido clorhídrico se obtiene óxido de hierro(III) calcinado por pulverización a través del proceso Aman, en el que los líquidos de decapado residuales son pulverizados y calcinados con la adición de azufre en una cámara caliente. En este caso, se obtienen microgranulados oxídicos verdes, con lo que se eleva el peso a granel del polvo de hierro que resulta en último lugar. Los microgranulados oxídicos son reducidos y sinterizados en un horno con una atmósfera de hidrógeno a 860 -1.200°C. El producto de reducción es refrigerado en una atmósfera con 95 % N y 5 % H. Otros procedimientos de este tipo se conocen a partir de los documentos EP0232246 B1 US 3.677.749. El polvo de óxido de hierro (III) calcinado por pulverización, que se obtiene a partir de los líquidos de decapado residuales mencionados presentan, condicionados por el proceso y la producción, valores químicos y físicos muy dispersos. En particular, se trata de contenidos de cloro residuales muy dispersos, de porciones variables de porciones de óxido de hierro magnético no deseadas, de valores muy dispersos de la superficie específica y, de acuerdo con ello, del tamaño de las partículas primarias de óxido de hierro. Además, se plantean problemas durante la manipulación de granulados de bolas huecas de óxido de hierro en forma de polvo. En virtud de las diferentes propiedades del material, los óxidos de hierro calcinados por pulverización no son adecuados o solamente en una extensión reducida como material de partida para la producción de polvos de hierro o de acero, que deben encontrar aplicación para los procedimientos de moldeo de la metalurgia del polvo. Sobre todo los contenidos de sal oscilantes considerables (por ejemplo entre 0,05 y 2,0 % en peso de Cl<sup>-</sup>), los valores discrepantes de la superficie específica (por ejemplo, de 1,2 a 24,0 m<sup>2</sup>/g), los diferentes pesos a granel (de 0,3 a 1,2 g/cm<sup>3</sup>) así como las porciones magnéticas variables (de 0,1 a 3 % en peso) impiden el empleo industrial de óxidos de hierro calcinados por pulverización como materiales de partida para la producción de polvos de hierro o polvos de acero microaleados homogéneos y adecuados para aplicaciones de la metalurgia del polvo. A los polvos de hierro o polvos de acero microaleado de este tipo se plantean requerimientos precisos del material, que no se pueden conseguir en el empleo industrial cuando se utilizan óxidos de hierro calcinados por pulverización de venta en el comercio.
- 15
- 20
- 25
- 30 **[0003]** Los contenidos variables de cloruro residual conducen, en tratamientos térmicos, junto con los elementos concomitantes (porciones de Fe<sup>2+</sup> así como trazas de vidrios de bajo punto de fusión) contenidos en óxidos de hierro calcinados por pulverización, a la formación de fases líquidas, que favorecen el crecimiento de los cristales y de esta manera influyen de forma incontrolada en los valores característicos de óxidos de hierro calcinados por pulverización.
- 35 **[0004]** Solamente una parte de los contenidos de cloruros residuales en óxidos de hierro calcinados por pulverización es soluble en agua. Permanece un contenido de cloruro residual remanente en la medida de algunos 100 ppm de Cl<sup>-</sup>. Además, también los diversos valores de la superficie específica (BET) de óxidos de hierro calcinados por pulverización influyen en la configuración de la microtextura unitaria necesaria.
- 40 **[0005]** Los contenidos de sal incluidos en los óxidos de hierro calcinados por pulverización y sus productos de desintegración provocan, además, tanto en la zona de bajas temperaturas como también en la zona de alta temperatura una corrosión rápida de partes importantes de la construcción.
- 45 **[0006]** En función de la conducción del procedimiento se distinguen en este momento esencialmente tres tipos de óxidos de hierro calcinados por pulverización, que se podrían emplear como materiales de partida para la producción de polvos de hierro y de polvos de acero aleados. Se trata de óxidos de hierro de UPL, PPP y CPP. En los óxidos de hierro de UPL calcinados por pulverización se trata de productos, que se obtienen a partir de soluciones de cloruro de hierro no acondicionadas, los llamados líquidos de decapado de ácido clorhídrico, en la industria del acero. Los óxidos de hierro de PPP calcinados por pulverización proceden de líquidos de decapado de ácido clorhídrico acondicionados, a partir de los cuales han sido separados componentes insolubles en HCl en su mayor parte previamente por filtración. Los óxidos de hierro de CPP calcinados por pulverización son productos, en los que se han antepuesto procesos químicos de precipitación para la separación de algunos elementos concomitantes sobre todo metalúrgicos.
- 50 **[0007]** El cometido de la invención es crear un procedimiento del tipo mencionado al principio, en el que se pueden producir polvo de hierro o polvo de acero microaleado con los requerimientos de las materias primas reproducibles exigidos por la metalurgia del polvo.
- [0008]** Este cometido se soluciona de acuerdo con la invención por medio de las características de la reivindicación 1 de la patente.
- 55 **[0009]** De manera sorprendente, con el procedimiento de acuerdo con la invención, a partir de óxidos de hierro calcinados por pulverización con diferentes valores característicos químicos y físicos, que se producen durante la regeneración de líquidos de decapado de ácido clorhídrico, se pueden formar materias primas de óxido de hierro homogéneas de alta calidad aptas para aplicación en la metalurgia del polvo y producir a partir de ellas polvo de hierro y polvo de acero microaleado.

5 **[0010]** En la invención se utiliza un procedimiento de varias etapas para la producción de óxidos de hierro homogéneos calcinados por pulverización y de calidades de polvo hierro o de polvo de acero microaleado resultantes de ello. Éstas cierran a través de sus propiedades del material el hueco entre polvos de hierro de carbonilo, por una parte, y los polvos de hierro y polvos de acero, que se fabrican a través de procedimientos de hierro esponjoso o a través de inyección de  
10 polvo de hierro líquido, por otra parte. A través de la invención, los óxidos de hierro calcinados por pulverización, que se producen sin o con purificación química o física previa de los líquidos de decapado de ácido clorhídrico en acerías como óxidos de hierro de UPL, PPP o CPP, y que representan productos comerciales, se pueden utilizar como productos de partida para la producción de polvo de acero. A través de las fases de preparación del óxido de hierro de acuerdo con la invención se producen polvos de hierro o polvos de acero microaleadas, que tienen las propiedades de materia prima de  
15 polvo de hierro homogéneas, reproducibles, requeridas por la metalurgia del polvo.

**[0011]** En este contexto, se emplean óxidos de hierro calcinados por pulverización con reducidos contenidos de sal, de forma predominante con contenidos de cloruro residual, con preferencia con contenidos reducidos de porciones de óxido de hierro magnético, de valores constantes del peso a granel así como de valores constantes de la superficie específica y, por lo tanto, del tamaño medio predominante de las partículas.

20 **[0012]** Con preferencia, en virtud los contenidos reducidos de sal exactamente definidos, en particular de los contenidos de cloruro residual (suma de Cl<sup>-</sup>, en ppm) así como del peso a granel, valores constantes de la superficie específica (BET) y de la porción de Fe<sup>2+</sup>, se crean las condiciones previas de la metalurgia del polvo reproducibles necesarias.

25 **[0013]** En el procedimiento de acuerdo con la invención, también a partir de óxidos de hierro calcinados por pulverización inestables contaminados se pueden producir polvo de hierro o polvo de acero microaleado útiles para la metalurgia del polvo, de manera que en una primera fase del procedimiento se mezclan óxidos de hierro calcinados por pulverización, por ejemplo, con agua desionizada y se lleva la suspensión con la adición de agentes de neutralización a un valor pH de  $7,0 \pm 1,0$ . A continuación se filtra la suspensión y se lava la torta del filtro con agua desionizada, hasta que el contenido de cloruro residual del óxido de hierro se reduce al menos el 50 %, con preferencia más del 70 %  
30 frente al contenido de hierro empleado hasta valores por debajo de 350 ppm de Cl<sup>-</sup>. El óxido de hierro lavado se tritura en húmedo con la adición de agentes tensioactivos, se separa de las porciones de óxido de hierro magnético a través de separación magnética en húmedo y se mezcla la suspensión de óxido de hierro purificada con 0,5 % en peso de porciones de aglutinante. A través del secado por pulverización se procesa la suspensión para obtener microgranulados de óxido de hierro verdes, de manera que el 95 % en peso de los granulados tienen diámetros de 5,0 μm a 300 μm.

35 **[0014]** Con preferencia, los microgranulados liberados de sus contaminaciones solubles en agua se trituran o se friccionan en primer lugar y se descomponen térmicamente en una segunda fase del procedimiento para la desintegración necesaria adicionalmente de los contenidos de cloruro residual difícilmente solubles en agua durante corto espacio de tiempo dentro de algunos segundos, en condiciones oxidantes en la zona de radiación a temperaturas entre 900 °C y 1350 °C, con lo que se reducen los contenidos de cloruro residual a menos de 100 ppm de Cl<sup>-</sup>.

40 **[0015]** Además, al mismo tiempo se dispone de un mecanismo de control, con el que se consigue utilizar los granulados de óxido de hierro secados por pulverización pobres en cloruro residual verde en condiciones oxidantes a través de un tratamiento térmico de corta duración dentro de algunos segundos en la zona de radiación a temperaturas entre 900 °C y 1350 °C para la estabilización de un valor deseado de la superficie específica (BET), de manera que la superficie específica (BET) predeterminada de los microgranulados de óxido de hierro ligeramente sinterizados ahora tiene un valor característico predeterminado con antelación en el intervalo  $< 10\text{m}^2/\text{g}$ , en particular de 0,1 a 2,0 m<sup>2</sup>/g. Además, a través del tratamiento químico a alta temperatura se desintegran los productos de descomposición de los medios auxiliares de granulación y de suspensión así como los contenidos de humedad y se eliminan del sistema.

45 **[0016]** Los microgranulados de óxido de hierro estabilizados con Cl<sup>-</sup> con respecto al valor de la superficie específica (BET) y del contenido de cloruro residual se reducen a continuación a temperaturas inferiores a 1050 °C en montón suelto con preferencia con hidrógeno puro, de manera que el peso a granel del polvo de hierro o del polvo de acero microaleado reducido está por encima de 1200 g/dm<sup>3</sup> y el contenido de carbono está por debajo de 0,01 % en peso. Los microgranulados de óxido de hierro ligeramente sinterizados durante corto espacio de tiempo en condiciones oxidantes presentan, a medida que se reducen los valores de la superficie específica, valores de resistencia elevados, con lo que se reduce esencialmente un desarrollo de polvo durante la reducción con hidrógeno.

50 **[0017]** La reducción de los microgranulados de óxido de hierro ligeramente sinterizados con hidrógeno en montón suelto se puede realizar a través de un lecho fluidizado estacionario o móvil, una capa fluidizada circulante, una parrilla móvil, un tubo giratorio o a través de un horno vertical, calentado indirectamente.

55 **[0018]** Para la estabilización adicional de los valores de la superficie específica se pueden clasificar los microgranulados de óxido de hierro generados en fracciones de microgranulado. Estas fracciones presentan diferencias muy pequeñas en los valores de la superficie específica así como del contenido de cloruro residual. Para fines de aplicación especial en la metalurgia del polvo, se mezclan de manera correspondiente los polvos de hierro o los polvos de acero microaleado clasificados, para corresponder a las curvas de distribución del granulado predeterminadas en la industria.

[0019] Otra ventaja consiste en que los granulados de óxido de hierro sueltos presintetizados en la zona de radiación después de la reducción con hidrógeno solamente muestran casualmente una tendencia reducida a la adhesión mutua. Si casualmente se produjera la formación de puentes, se pueden separar de nuevo los aglomerados a través de una actuación mecánica ligera.

5 [0020] De manera ventajosa, el tratamiento oxidante y reductor de los microgranulados de óxido de hierro se realiza en calor.

10 [0021] La preparación de acuerdo con la invención de los óxidos de hierro calcinados por pulverización para la producción de polvo de hierro o polvo de acero microaleado comprende con preferencia la destrucción de la estructura de bolas huecas, con preferencia la disminución de las porciones magnéticas, la reducción de altos contenidos de cloruro residual, la elevación del peso a granel, la creación de valores constantes de la superficie específica BET (en  $\text{m}^2/\text{g}$ ) y una aglutinación cerámica de las partículas de óxido de hierro así como la posible clasificación posterior de los microgranulados ligeramente sinterizados en fracciones individuales separadas, que solamente presentan, por su parte, diferencias muy pequeñas en los valores de la superficie específica.

15 [0022] Las propiedades necesarias desde el punto de vista de la metalurgia del polvo son una alta densidad de llenado, una buena capacidad de fluencia, una distribución estrecha de Gauss de los granulados, contenidos reducidos de sales mantenidos constantes, una amplitud reducida de la oscilación de la superficie específica, una buena resistencia en verde para el tratamiento automático de las piezas moldeadas prensadas, una reproducibilidad admisible de tolerancias y propiedades del material así como una buena resistencia de los cantos de las piezas prensadas durante el tratamiento térmico y la posibilidad de la aplicación de una presión de prensado reducida, para prolongar el tiempo de actividad de las matrices.

20 [0023] De manera ventajosa, los granulados de polvo de hierro o de polvo de acero fabricados de acuerdo con la invención se pueden mezclar con medios auxiliares de prensado así como casualmente con medios de cementación, polvos metálicos, aleaciones metálicas en forma de polvo, inhibidores del crecimiento de la cristalita y otros componentes de microaleación y a continuación se pueden continuar procesando de acuerdo con la metalurgia del polvo.

[0024] Una ventaja especial del procedimiento consiste en que las fracciones de polvo de hierro o de polvo de acero seleccionadas para el procesamiento posterior a través de fundición por inyección de polvo metálico (MIM) se pueden utilizar para la producción de piezas moldeadas metálicas. MIM es la abreviatura de Moldeo por Inyección de Polvo Metálico.

30 [0025] Además, los polvos de hierro o polvos de acero microaleados se pueden mezclar con agentes auxiliares de prensado y con formadores de la aleación, y se pueden prensar directamente con o sin desmenuzamiento posterior.

[0026] Con la ayuda de ejemplos de realización se explica en detalle todavía la invención.

#### Ejemplo de realización 1

35 [0027] Se mezcló óxido de hierro PPP calcinado por pulverización con una superficie específica de  $4,2 \pm 0,25 \text{ m}^2/\text{g}$  y con un contenido de cloruro residual de 1.050 ppm de  $\text{Cl}^-$  con agua desionizada para obtener una suspensión y fue ajustado a través de la adición de NaOH a un valor pH de 7,0. A continuación se lavó la suspensión en una prensa de cinta vertical con agua desionizada. Después del proceso de lavado, el contenido de cloruro residual era 285 ppm de  $\text{Cl}^-$ .

40 [0028] La torta del filtro lavada fue triturada en húmedo de forma continua en un molino oscilante, fue licuada con la adición de agentes tensioactivos y fue homogeneizada con una trituradora de forma continua durante corto espacio de tiempo. Las porciones de óxido de hierro magnético fueron separadas casualmente a través de separación magnética en húmedo.

45 [0029] La suspensión fue ajustada a un contenido de sustancia sólida de aproximadamente 67 % en peso y fue mezclada con 0,5 % en peso de aglutinante. A continuación se secó la suspensión por pulverización teniendo en cuenta la curva de distribución del granulado requerida específicamente en polvos de hierro o polvos de acero microaleados. El peso a granel de tales micro-granulados verdes era  $1.420 \text{ g}/\text{dm}^3$ .

50 [0030] Para la consecución de un peso a granel más elevado y para la reducción simultánea del valor de la superficie específica (BET) de los microgranulados de óxido de hierro presinterizados a  $1,2 \text{ m}^2/\text{g}$  se expusieron los granulados de óxido de hierro verdes a un tratamiento térmico de corta duración en un horno vertical, de manera que la temperatura general en la zona de radiación estaba en torno a  $1.195 \text{ }^\circ\text{C}$  y el tiempo de paso era de algunos segundos en condiciones oxidantes. Al mismo tiempo, los contenidos de cloruro residual se bajaron al valor de 35 ppm de  $\text{Cl}^-$ . Después de la salida se refrigeraron los granulados a la temperatura de reducción.

[0031] El presente tratamiento térmico condujo a microgranulados de óxido de hierro con una superficie específica de  $1,18 \text{ m}^2/\text{g}$  y un peso a granel de  $2.220 \text{ g}/\text{dm}^3$ . Una vez realizada la clasificación, resultó la siguiente

55 [0032] distribución de los granulados de óxido de hierro sinterizados, refrigerados a temperatura ambiente:

	+250 µm (malla 60)	0,8 %
	250 a 125 µm	6,5 %
	125 a 88 µm	36,8 %
	88 a 63 µm	28,2 %
5	63 a 44 µm	15,6 %
	-44 µm (malla 325)	12,1 %

10 Los granulados de óxido de hierro se cargaron en un horno tubular calentado indirectamente y se redujeron con hidrógeno a contra corriente y con un tiempo de transición de 60 minutos a una temperatura de 870 °C. La mezcla de agua / hidrógeno en forma de gas fue llevada por encima del punto de rocío y el hidrógeno regenerado fue puesto en el circuito.

[0033] Después de la extracción y refrigeración del producto de reducción bajo nitrógeno puro a temperatura ambiente, se prensó directamente el polvo de acero microaleado reducido con la adición de 0,8 % en peso de agente auxiliar de prensado y se investigaron sus propiedades de la metalurgia del polvo. Se obtuvieron las siguientes propiedades del polvo:

15	Densidad de llenado	3,15 g/cm <sup>3</sup>
	Duración del flujo	30 s / 50 g
	Densidad de prensado* a 600 MPa:	7,25 g/cm <sup>3</sup>
	(* con la adición de 0,8 % en peso de agente auxiliar de prensado)	
	Contenido de carbono:	< 0,01 % en peso
20	Inicio de H <sup>2</sup>	0,12 % en peso

### Ejemplo de realización 2

25 [0034] Se mezcló óxido de hierro CPP calcinado por pulverización con una superficie específica de  $6,5 \pm 0,5$  m<sup>2</sup>/g y con un contenido de cloruro residual de 1.520 ppm de Cl con agua desionizada para obtener una suspensión y fue ajustado a través de la adición de NaOH a un valor pH de 7,1. A continuación se lavó la suspensión en una prensa de filtro horizontal con agua desionizada. Después del proceso de lavado, el contenido de cloruro residual era 485 ppm de Cl.

30 [0035] La torta de filtro lavada fue licuada en un molino de bolas con la adición de agentes tensioactivos y fue triturada en húmedo y homogeneizada con un molino de arena conectado a continuación. Las porciones de óxido magnético fueron retiradas a través de separación magnética en húmedo. La suspensión fue ajustada a un contenido de sustancia sólida de 78,5 % en peso y fue mezclada con 0,8 % en peso de aglutinante. A continuación se secó la suspensión por pulverización, esforzándose por conseguir un alto porcentaje de trituración por pulverización por debajo de 44 µm. El peso a granel de los microgranulados de óxido de hierro verdes era 1.580 g/dm<sup>3</sup>.

[0036] Para la consecución de un valor de la superficie específica de 1,95 m<sup>2</sup>/g se expusieron los granulados de óxido de hierro a un tratamiento térmico en la zona de radiación en un horno vertical durante algunos segundos a una temperatura 1.125 °C. Al mismo tiempo, se obtuvo un contenido de cloruro residual de 85 ppm Cl.

35 [0037] El peso a granel de los granulados de óxido de hierro tratados térmicamente era 1.760 g/dm<sup>3</sup>.

[0038] Una vez realizada la clasificación, resultó la siguiente distribución de los granulados de óxido de hierro sinterizados.

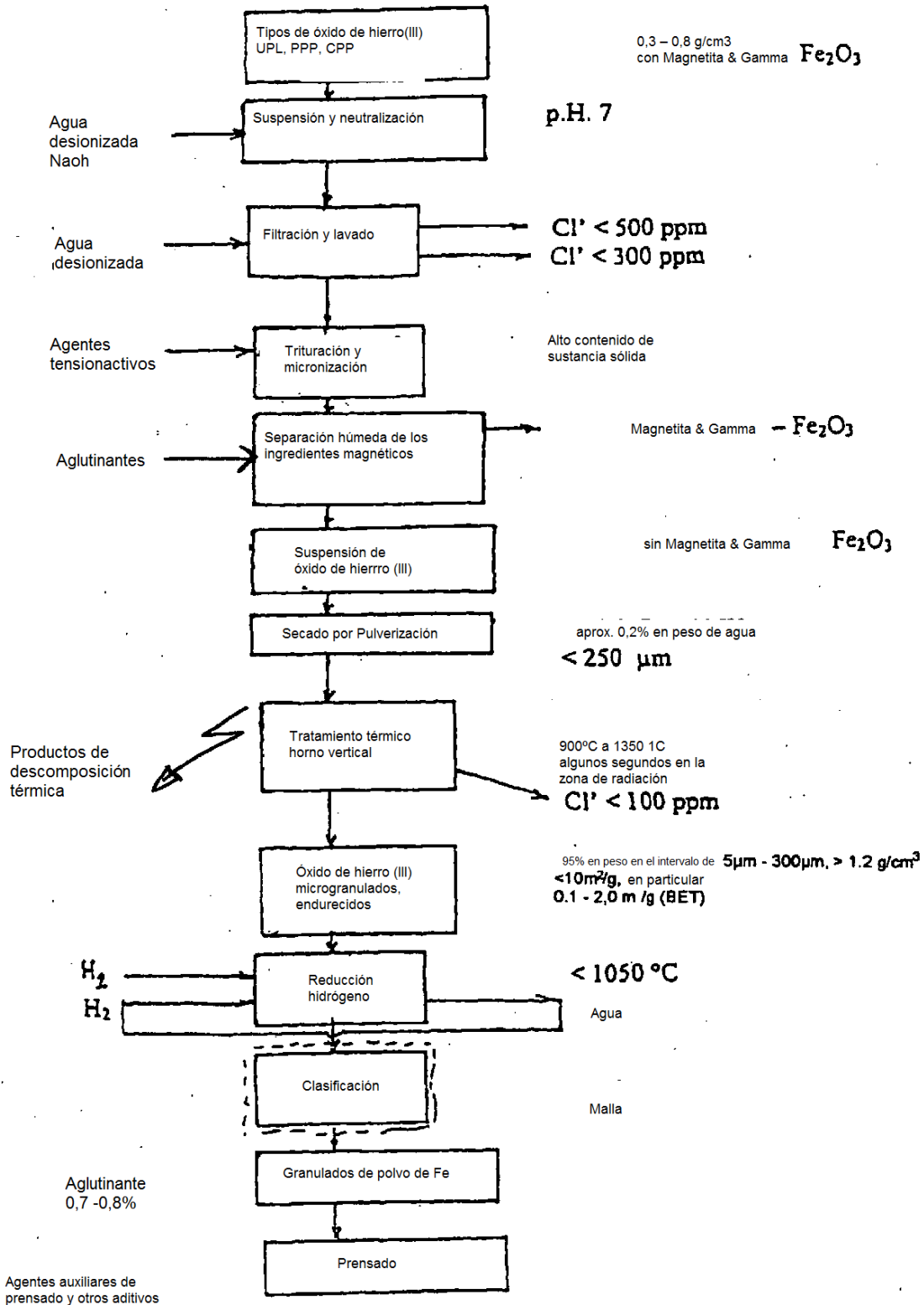
	+250 µm (malla 60)	0,1 %
	250 a 125 µm	8,1 %
40	125 a 88 µm	18,3 %
	88 a 63 µm	28,3 %
	63 a 44 µm	14,2 %
	-44 µm (malla 325)	31,6 %

45 Los granulados de la fracción de granulados se cargaron con calor en un horno tubular calentado indirectamente y se redujeron con hidrógeno a contra corriente y en un tiempo de transición de 52 minutos a una temperatura de 855 °C. La mezcla de agua / hidrógeno en forma de gas fue llevada por encima del punto de rocío y el hidrógeno regenerado fue puesto en el circuito.

**[0039]** Después de la refrigeración bajo atmósfera de nitrógeno y extracción del producto de reducción bajo nitrógeno puro a temperatura ambiente, se prensó directamente el polvo de hierro reducido con la adición de 0,65 % en peso de agente auxiliar de prensado y se investigaron sus propiedades de la metalurgia del polvo. Se obtuvieron las siguientes propiedades del polvo:

5	Densidad de llenado	2,45 g/cm <sup>3</sup>
	Duración del flujo	25 s / 50 g
	Densidad de prensado* a 600 MPa:	7,05 g/cm <sup>3</sup> )
	(* con la adición de 0,7 % en peso de agente auxiliar de prensado)	
	Contenido de carbono:	< 0,01 % en peso
10	Inicio de H <sup>2</sup>	0,09 % en peso

En el diagrama de flujo siguiente se ilustran las fases del procedimiento de la invención.



## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de polvo de hierro o polvo de acero micronizado adecuados para la metalurgia del polvo; en el que
- 5
- a partir de líquidos de decapado residuales de ácido clorhídrico se obtiene óxido de hierro(III) calcinado por pulverización, que presenta una superficie específica de más de 2,0 m<sup>2</sup>/g y contenidos de cloruro residual por encima de 400 ppm de Cl<sup>-</sup> y se utiliza como material de partida,
  - se produce una torta de filtro,
- 10
- las porciones de cloruro residual solubles en agua en una primera fase de los óxidos de hierro se reducen a través de lavado de la torta de filtro con agua, siendo transferida la torta de filtro lavada a microgranulados de óxido de hierro verdes,
  - los microgranulados de óxido de hierro se convierten en una segunda fase a través de presinterización de corta duración en condiciones oxidantes a 900 °C a 1350 °C en microgranulado de óxido de hierro presintetizado con valores más reducidos de la superficie específica y al mismo tiempo se desintegran adicionalmente las porciones de cloruro residual remanentes, y
- 15
- se reducen los microgranulados de óxido de hierro con agentes reductores en forma de gas, con lo que el peso a granel de los polvos de hierro o de los polvos de acero microaleados reducidos está por encima de 1200 g/dm<sup>3</sup>,
  - y el producto de reducción se refrigera en atmósfera reductora o inerte a temperatura ambiente.
- 20
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el contenido de cloruro residual del óxido de hierro se reduce a menos de 100 ppm de Cl<sup>-</sup> y la superficie específica (BET) del granulado presintetizado se reduce a un valor predeterminado en un intervalo de < 10 m<sup>2</sup>/g, con preferencia de 0,1 a 2,0 m<sup>2</sup>.
- 25
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el material de partida en una suspensión se lleva, añadiendo al menos un agente de neutralización, a un valor pH de aproximadamente 7,0 ± 1,0 y a continuación se reduce, con respecto al óxido de hierro empleado, a un contenido de cloruro residual aproximadamente en torno al 50 %, con preferencia en más del 70 %.
- 30
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque los granulados de bolas huecas de óxido de hierro calcinados por pulverización son triturados en húmedo y micronizados con el contenido de cloruro residual reducido.
- 35
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque a partir de la suspensión de óxido de hierro se eliminan ingredientes de óxido de hierro magnético.
- 40
6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4 ó 5, caracterizado porque la suspensión de óxido de hierro es mezclada con uno o varios aglutinantes y agentes tensioactivos.
- 45
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 6, caracterizado porque la suspensión de óxido de hierro es procesada con secado por pulverización para obtener microgranulados verdes en el intervalo de 5 μm a 300 μm.
- 50
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque para la desintegración adicional del contenido de cloruro residual, se tratan los microgranulados verdes a temperaturas de aproximadamente 1.000 °C a 1.350 °C durante corto espacio de tiempo, en particular durante algunos segundos térmicamente en la zona de radiación, de manera que se lleva a cabo una aglutinación cerámica de las partículas de óxido de hierro y se reduce el contenido de cloruro residual a menos de 100 ppm de Cl<sup>-</sup>.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la superficie específica (BET) del granulado presintetizado se estabiliza a un valor predeterminado en el intervalo de <10 m<sup>2</sup>/g, en particular de 0,1 a 2 m<sup>2</sup>/g.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el microgranulado presintetizado del óxido de hierro se reduce a temperaturas por debajo de 1.050 °C.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el microgranulado de óxido de hierro se reduce con hidrógeno.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 11, caracterizado porque el tratamiento térmico oxidante de los microgranulados verdes y el tratamiento reductor de los microgranulados presinterizados se realizan en calor.



13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque después de la reducción de los microgranulados presinterizados se lleva a cabo una clasificación del polvo de hierro o del polvo de acero microaleado fracciones de granos.

5 14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque el polvo de hierro o el polvo de acero microaleado se refrigeran en atmósfera reductora o inerte.

15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque el polvo de hierro o el polvo de acero microaleado se procesan adicionalmente de manera predominante de acuerdo con la metalurgia del polvo.

10 16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque el polvo de hierro o el polvo de acero microaleado se prensan directamente.

17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque el polvo de hierro o polvo de acero microaleado se mezclan con agentes auxiliares de prensado y se procesan a través de prensado para obtener cuerpos moldeados.

15 18. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque el polvo de hierro o polvo de acero microaleado se mezclan opcionalmente con agentes de cementación, polvos metálicos inhibidores del crecimiento de la cristalita, aleaciones metálicas, ingredientes de microaleación o formadores de la aleación.

19. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 18, caracterizado porque la fracción de polvo de hierro o de polvo de acero microaleado se procesa adicionalmente con un procedimiento de inyección de polvo, procedimiento (MIM) con la adición de materiales termoplásticos solubles.

