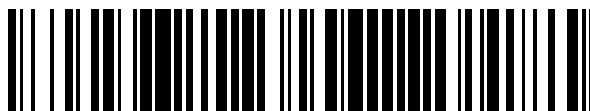


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 497**

51 Int. Cl.:  
**C08G 65/32** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09012239 .1**  
96 Fecha de presentación: **16.07.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2133383**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.12.2009**

54 Título: **Procedimiento para preparar una composición de lubricante sólida**

30 Prioridad:  
**25.10.2002 US 280810**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**13.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**13.04.2012**

73 Titular/es:  
**HOEGANAES CORPORATION  
1001 TAYLORS LANE  
CINNAMINSON, NJ 08077, US**

72 Inventor/es:  
**Luk, Sydney y  
Poszmik, George**

74 Agente/Representante:  
**Curell Aguilá, Mireia**

ES 2 378 497 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 preparar una composición de lubricante sólida.

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar una composición de lubricante sólida para su utilización en composiciones de polvos metalúrgicos. Más particularmente, la invención se refiere a un procedimiento de ese tipo mediante el cual se obtiene un lubricante mejorado para mejorar la lubricidad, al tiempo que reduce las presiones de desmoldeo y deslizamiento.

**Antecedentes**

La industria de la metalurgia de polvos ha desarrollado composiciones de polvos a base de metal, generalmente polvos a base de hierro que pueden procesarse para dar piezas metálicas solidarias que presentan diferentes formas y tamaños para utilidades en diversas industrias, incluyendo las industrias automotriz y electrónica. Una técnica de procesamiento para fabricar piezas compuestas por la composición de polvos a base de metal implica cargar una cavidad de molde con una composición de polvos a base de metal y compactar la composición de polvos a base de metal a alta presión para formar una pieza compactada "verde". Entonces, se retira la pieza compactada verde de la cavidad de molde y se sinteriza para formar la pieza acabada.

Las composiciones de polvos metalúrgicos se dotan tradicionalmente de un lubricante para reducir la fricción interna entre partículas durante la compactación, para permitir una expulsión más fácil de la pieza compactada de la cavidad de molde, para reducir el desgaste del troquel y/o para permitir una compactación más uniforme de la composición de polvos metalúrgicos. Las fuerzas de fricción interna que deben superarse para retirar una pieza compactada del troquel se miden como presiones de "desmoldeo" y "deslizamiento". Las fuerzas de fricción interna aumentan a medida que aumenta la presión de compactación.

Se clasifican los lubricantes como lubricantes internos (en seco) o lubricantes externos (en aerosol). Los lubricantes internos se mezclan con un polvo a base de metal antes de añadir el polvo a base de metal a un troquel. Los lubricantes externos se pulverizan sobre las paredes interiores de una cavidad de molde antes de añadir la composición de polvos metalúrgicos al troquel.

Los lubricantes internos convencionales a menudo reducen la resistencia en verde de una pieza compactada verde. Se cree que durante la compactación el lubricante interno exuda entre partículas metálicas de hierro y/o aleación de manera que llena el volumen de poro entre las partículas e interfiere con la unión partícula a partícula. Como resultado, algunas formas no pueden prensarse utilizando lubricantes internos conocidos. Los casquillos de paredes delgadas, altos, por ejemplo, requieren grandes cantidades de lubricante interno para superar la fricción de la pared de molde y reducir la fuerza de expulsión requerida. Los niveles de lubricante interno de este tipo, sin embargo, reducen normalmente la resistencia en verde hasta el punto que las piezas compactadas resultantes se disgregan tras la expulsión. Además, los lubricantes internos tales como estearato de zinc a menudo afectan adversamente a la densidad aparente y la velocidad de flujo de polvo, así como la densidad en verde de la pieza compactada, particularmente a mayores presiones de compactación. Además, cantidades excesivas de lubricantes internos pueden conducir a piezas compactadas que presentan una escasa integridad dimensional, y el lubricante volatilizado puede formar hollín sobre los elementos de calentamiento del horno de sinterización.

Para evitar los problemas provocados por los lubricantes internos descritos anteriormente, se conoce la utilización de un lubricante en aerosol externo en lugar de un lubricante interno. Sin embargo, la utilización de lubricantes externos aumenta el tiempo de ciclo de compactación y conduce a una compactación menos uniforme. Un ejemplo de un lubricante externo se expone en la patente US nº 5.518.639 concedida a Luk, cedida a Hoeganaes Corporation.

Por consiguiente, existe una necesidad en la técnica de composiciones de polvos metalúrgicos que pueden utilizarse para fabricar piezas compactadas verdes resistentes que se expulsan fácilmente de las cavidades de molde sin la necesidad de un lubricante externo. Se describen soluciones anteriores a este problema en las patentes US nºs 5.498.276, 5.290.336, 5.154.881 y 5.256.185 concedidas a Luk, cedidas a Hoeganaes Corporation. La patente US nº 5.498.276 da a conocer la utilización de un poliéter como lubricante para la composición de polvos metalúrgicos que proporciona un rendimiento de expulsión y una resistencia mejorados de la pieza compactada verde mientras que mantiene una compresibilidad equivalente o superior con relación a la utilización de otros lubricantes. La patente 5.290.336 da a conocer la utilización de un aglutinante/lubricante que comprende un ácido orgánico dibásico y uno o más componentes polares adicionales que proporciona propiedades físicas potenciadas a la composición de polvos tales como densidad aparente, flujo, compresibilidad y resistencia en verde. La patente 5.154.881 da a conocer la utilización de un lubricante de amida que se mezcla con polvos a base de hierro que permiten la compactación de la composición de polvos a mayores temperaturas sin desgaste significativo del troquel y mejora la densidad y la resistencia en verde. Por tanto, la industria de la metalurgia de polvos está buscando lubricantes que traten estas necesidades. El documento EP 0 503 267 A1 da a conocer una composición de resina de revestimiento curable mediante calor, radiación ultravioleta, un haz de electrones o similar. La composición comprende un éster de fosfato

polioxilquileno-poliol (índice de hidroxilo: 10-2.000 mg de KOH/g) y un compuesto que contiene un grupo funcional reactivo o polimerizable. Esta composición es altamente conductora tal cual y, sin la incorporación de los aditivos conductores convencionales, puede utilizarse satisfactoriamente en el campo de los recubrimientos y las películas protectoras en los que la conductividad eléctrica es un requisito.

5

## Sumario

La composición de lubricante sólida preparada según la presente invención puede utilizarse en composiciones de polvos metalúrgicos que contienen polvos a base de metal y la composición de lubricante sólida. Las composiciones de polvos metalúrgicos pueden componerse de partículas diferenciadas de un polvo a base de metal mezcladas con partículas diferenciadas de un lubricante sólido. Alternativamente, la composición metalúrgica se compone de un polvo a base de metal recubierto con un lubricante sólido. La composición metalúrgica también puede incluir adiciones comunes tales como aglutinantes y otros lubricantes internos.

10

La composición de lubricante sólida preparada según la presente invención contiene lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados o, alternativamente, una combinación de lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados y al menos un lubricante adicional. Los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados presentan la fórmula:

15

$$Q_1 - (R_1)_x, \quad (a),$$

20

$$Q_1 - (R_1 - Q_2)_n - R_2 \quad (b),$$

$$Q_1 - (R_1 - Q_2)_n - R_2 - Q_3 \quad (c),$$

25

$$R_1 - Q_1 - (R_2 - Q_2)_n - R_3 \quad (d),$$

o combinaciones de las mismas.  $Q_1$ ,  $Q_2$  y  $Q_3$  pueden ser iguales o diferentes entre sí y son cada uno independientemente un polialquilenglicol lineal o ramificado.  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son cada uno independientemente un grupo funcional. Los grupos funcionales incluyen un grupo fosfato, grupo fosfito, hipofosfato, hipofosfito, polifosfato, tiofosfato, ditioposfato, tiocarbamato, ditiocarbamato, borato, tiosulfato, grupo sulfato o grupo sulfonato. "n" es desde 0 hasta aproximadamente 10, y "x" es desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 30. En algunas formas de realización, los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados son mezclas de compuestos que presentan las fórmulas (a), (b) y (c). Los grupos funcionales pueden estar en su forma ácida o neutralizados. Los lubricantes adicionales que pueden utilizarse como parte del lubricante sólido incluyen poliamidas, ácidos grasos  $C_{10}$  a  $C_{25}$ , sales metálicas de ácidos grasos  $C_{10}$  a  $C_{25}$ , sales metálicas de poliamidas, polialcanos no funcionalizados lineales o ramificados, alcoholes o una combinación de los mismos. Los lubricantes adicionales presentan un intervalo de fusión que comienza a una temperatura de al menos aproximadamente 30 grados centígrados.

30

35

En una forma de realización, el lubricante sólido se compone de partículas diferenciadas de lubricante de polialquilenglicol funcionalizado y al menos un lubricante adicional. En otra forma de realización, el lubricante sólido es una combinación fundida de ambos lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados y al menos un lubricante adicional, formando de ese modo una combinación homogénea de los mismos.

40

Las composiciones de polvos metalúrgicos pueden prepararse mezclando partículas diferenciadas de lubricante sólido y partículas diferenciadas de polvo a base de metal. Alternativamente, el polvo a base de metal se recubre con el lubricante sólido.

45

Se preparan piezas metálicas proporcionando una composición de polvos metalúrgicos que contiene una composición de lubricante sólida, y comprimiendo la composición de polvos metalúrgicos a una presión de al menos aproximadamente 5 tsi para formar una pieza metálica.

50

## Descripción detallada

La presente invención se refiere a procedimientos para preparar lubricantes sólidos para su utilización en composiciones de polvos metalúrgicos. Las composiciones de polvos metalúrgicos incluyen un polvo a base de metal y un lubricante sólido. En una forma de realización, la composición metalúrgica se compone de partículas diferenciadas del polvo a base de metal que se mezcla con partículas diferenciadas de un lubricante sólido. En otra forma de realización, la composición metalúrgica se compone de polvos a base de metal que están recubiertas con el lubricante sólido.

60

Los lubricantes sólidos contienen lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados o una combinación de lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados y al menos un lubricante adicional. El lubricante sólido incluye lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados que presentan un grupo fosfato, un grupo fosfito, un grupo sulfato, un grupo sulfonato, grupo fosfito, grupo hipofosfato, grupo hipofosfito, grupo polifosfato, grupo tiofosfato, grupo ditioposfato, grupo tiocarbamato, grupo ditiocarbamato, grupo borato, grupo tiosulfato o combinaciones de los mismos.

65

Las composiciones de polvos metalúrgicos se utilizan para fabricar componentes compactados que se retiran fácilmente de un troquel de compactación tal como se muestra por las presiones de desmoldeo y deslizamiento asociadas con la retirada del componente del troquel. La presión de desmoldeo mide la fricción estática que debe superarse para iniciar la expulsión de una pieza compactada de un troquel. La presión de deslizamiento es una medida de la fricción cinética que debe superarse para continuar con la expulsión de la pieza de la cavidad de molde.

Las propiedades en verde, tales como densidad en verde, resistencia en verde, expansión en verde, también se mejoran utilizando los lubricantes sólidos. Los lubricantes sólidos aumentan las densidades en verde y las densidades de sinterización de piezas compactadas mientras que se mantiene una compresibilidad equivalente o superior en comparación con lubricantes convencionales.

Las composiciones de polvos metalúrgicos incluyen polvos a base de metal de la clase utilizada generalmente en la industria de la metalurgia de polvos, tales como polvos a base de hierro y polvos a base de níquel. Ejemplos de polvos "a base de hierro", tal como se utiliza esa expresión en la presente memoria, son polvos de hierro sustancialmente puro, polvos de hierro prealeado con otros elementos (por ejemplo, elementos productores de acero) que potencian las propiedades de resistencia, capacidad de endurecimiento, electromagnéticas u otras propiedades deseables del producto final, y polvos de hierro a los se han unido por difusión otros elementos de este tipo.

Los polvos de hierro sustancialmente puros que se utilizan en la invención son polvos de hierro que no contiene más de aproximadamente el 1,0% en peso, preferentemente no más de aproximadamente el 0,5% en peso, de impurezas normales. Ejemplos de tales polvos de hierro de calidad metalúrgica, altamente comprimibles son la serie 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, presenta un perfil en tamiz típico de aproximadamente el 22% en peso de las partículas menores que una malla n° 325 (serie U.S.) y aproximadamente el 10% en peso de las partículas mayores que un tamiz n° 100 estando el resto entre estos dos tamaños (cantidades traza mayores que un tamiz n° 60). El polvo ANCORSTEEL 1000 presenta una densidad aparente de desde aproximadamente 2,85-3,00 g/cm<sup>3</sup>, normalmente DE 2,94 g/cm<sup>3</sup>. Otros polvos de hierro que se utilizan en la invención son polvos de hierro esponjosos típicos, tales como polvo ANCOR MH-100 de Hoeganaes.

El polvo a base de hierro puede incorporar opcionalmente uno o más elementos de aleación que potencian las propiedades mecánicas u otras de la pieza metálica final. Tales polvos a base de hierro son polvos de hierro, preferentemente hierro sustancialmente puro, que se ha prealeado con uno o más elementos de ese tipo. Se preparan los polvos prealeados preparando una masa fundida de hierro y los elementos de aleación deseados, y entonces atomizar la masa fundida, mediante lo cual las gotas atomizadas forman el polvo tras solidificación.

Los ejemplos de elementos de aleación que se prealearon con el polvo de hierro incluyen, pero no se limitan a, molibdeno, manganeso, magnesio, cromo, silicio, cobre, níquel, oro, vanadio, columbio (niobio), grafito, fósforo, aluminio y combinaciones de los mismos. La cantidad del elemento o los elementos de aleación incorporada depende de las propiedades deseadas en la pieza metálica final. Los polvos de hierro prealeados que incorporan elementos de aleación de ese tipo están disponibles de Hoeganaes Corp. como parte de su línea ANCORSTEEL de polvos.

Un ejemplo adicional de polvos a base de hierro son polvos a base de hierro unidos por difusión que son partículas de hierro sustancialmente puro que presentan una capa o recubrimiento de uno o más de otros metales, tales como elementos productores de acero, difundidos en sus superficies externas. Los polvos disponibles comercialmente de este tipo incluyen polvo unido por difusión DISTALLOY 4600A de Hoeganaes Corporation, que contiene aproximadamente el 1,8% de níquel, aproximadamente el 0,55% de molibdeno y aproximadamente el 1,6% de cobre, y el polvo unido por difusión DISTALLOY 4800A de Hoeganaes Corporation, que contiene aproximadamente el 4,05% de níquel, aproximadamente el 0,55% de molibdeno y aproximadamente el 1,6% de cobre.

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

Otro polvo a base de hierro prealeado que se utiliza en la invención se da a conocer en la patente US n° 5.108.493, titulada "Steel Powder Admixture Having Distinct Pre-alloyed Powder of Iron Alloys," que se incorpora a la presente memoria en su totalidad. Esta composición de polvos de acero es una mezcla de dos polvos a base de hierro prealeados diferentes, siendo uno una prealeación de hierro con el 0,5-2,5 por ciento en peso de molibdeno, siendo

el otro una prealeación de hierro con carbono y con al menos aproximadamente el 25 por ciento en peso de un componente de elemento de transición, comprendiendo este componente al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en cromo, manganeso, vanadio y columbio. La mezcla está en proporciones que proporcionan al menos aproximadamente el 0,05 por ciento en peso del componente de elemento de transición con respecto a la composición de polvos de acero. Un ejemplo de un polvo de ese tipo está disponible comercialmente como el polvo de acero ANCORSTEEL 41 AB de Hoeganaes, que contiene aproximadamente el 0,85 por ciento en peso de molibdeno, aproximadamente el 1 por ciento en peso de níquel, aproximadamente el 0,9 por ciento en peso de manganeso, aproximadamente el 0,75 por ciento en peso de cromo y aproximadamente el 0,5 por ciento en peso de carbono.

Otros polvos a base de hierro que son útiles en la práctica de la invención son los polvos ferromagnéticos. Un ejemplo es un polvo de hierro prealeado con pequeñas cantidades 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 serie ANCOR® de Hoeganaes, tales como los polvos ANCOR® 303L, 304L, 316L, 410L, 430L, 434L y 409Cb.

Las partículas de hierro o hierro prealeado presentan un tamaño de partícula medio en peso de tan sólo una micra o menos, o de hasta aproximadamente 850-1.000 micras, pero generalmente las partículas presentarán un tamaño de partícula medio en peso en el intervalo de aproximadamente 10-500 micras. Se prefieren las partículas de hierro o hierro prealeado que presentan un tamaño de partícula medio en peso máximo de hasta aproximadamente 350 micras; más preferentemente las partículas presentarán un tamaño de partícula medio en peso en el intervalo de aproximadamente 25-150 micras y lo más preferentemente de 80-150 micras.

Los polvos a base de metal utilizados en la presente invención también pueden incluir polvos a base de níquel. Ejemplos de polvos "a base de níquel", tal como se utiliza esa expresión en la presente memoria, son polvos de níquel sustancialmente puro, y 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 pueden mezclarse con cualquiera de los polvos de aleación mencionados anteriormente con respecto a los polvos a base de hierro que incluyen hierro. Los ejemplos de polvos a base de níquel incluyen aquéllos disponibles comercialmente como los polvos ANCORSPRAY® de Hoeganaes, tales como los polvos N-70/30 Cu, N-80/20 y N-20.

Las composiciones de polvos metalúrgicos también pueden incluir una cantidad minoritaria de un polvo de aleación. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "polvos de aleación" se refiere a materiales que pueden alearse con los materiales a base de níquel o a base de hierro tras sinterización. Los polvos de aleación que pueden mezclarse con polvos a base de metal de la clase descrita anteriormente son aquéllos conocidos en las técnicas metalúrgicas para potenciar la resistencia, capacidad de endurecimiento, propiedades electromagnéticas u otras propiedades deseables del producto sinterizado final. Los elementos productores de acero están entre los mejor conocidos de estos materiales.

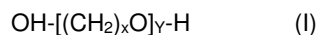
Los ejemplos específicos de materiales de aleación incluyen, pero no se limitan a, molibdeno, manganeso, cromo, silicio, cobre, níquel, estaño, vanadio, columbio (niobio), carbono metalúrgico (grafito), fósforo, aluminio, azufre elementales y combinaciones de los mismos. Otros materiales de aleación adecuados son aleaciones binarias de cobre con estaño o fósforo; ferroaleaciones de manganeso, cromo, boro, fósforo o silicio; eutécticos ternarios y cuaternarios de baja temperatura 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 son generalmente de tamaño más fino que las partículas de polvo a base de metal con las que se mezclan. Las partículas de aleación presentan generalmente un tamaño de partícula medio en peso menor que aproximadamente 100 micras, preferentemente menor que aproximadamente 75 micras, más preferentemente menor que aproximadamente 30 micras, y lo más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 5-20 micras. La cantidad de polvo de aleación presente en la composición dependerá de las propiedades deseadas de la pieza sinterizada final. Generalmente la cantidad será minoritaria, de hasta aproximadamente el 5% en peso del peso de la composición de polvos total, aunque puede estar presente hasta en el 10-15% en peso para determinados polvos especializados. Un intervalo preferido adecuado para la mayoría de aplicaciones es de aproximadamente el 0,25-4,0% en peso.

Los polvos a base de metal constituyen generalmente al menos aproximadamente el 80 por ciento en peso, preferentemente al menos aproximadamente el 85 por ciento en peso, y más preferentemente al menos aproximadamente el 90 por ciento en peso de la composición de polvos metalúrgicos.

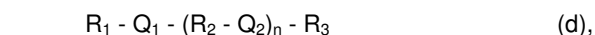
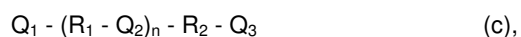
El lubricante sólido se compone de uno o más lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados o, alternativamente, una combinación de uno o más lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados y al menos un lubricante adicional.

La expresión "polialquilenglicol" significa compuestos lineales o ramificados que presentan la fórmula general:



10 en las que X es desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 10, e Y es desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 2000. R es un grupo de ramificación convencional conocido por los expertos en la materia. Por ejemplo, R es H, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo o un grupo pentilo. Los polialquilenglicoles incluyen, por ejemplo, polimetilenglicol, polietilenglicol, polipropilenglicol, polibutilenglicol, polipentilenglicol, etc. y mezclas de los mismos. El polímero puede ser saturado o insaturado. Los polialquilenglicoles incluyen homopolímeros y copolímeros de compuestos que presentan la fórmula general I, II, III o IV. Los  
15 copolímeros de polialquilenglicol se componen de comonómeros convencionales conocidos por los expertos en la materia. Por ejemplo, los polialquilenglicoles incluyen copolímeros que se componen de monómero de polietilenglicol y monómero de polimetilenglicol.

20 La expresión "polialquilenglicol funcionalizado" significa un polialquilenglicol que presenta uno o más grupos funcionales que pueden tomar parte en una reacción. Por ejemplo, los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados incluyen compuestos que presentan la fórmula:



o combinaciones de los mismos. Q<sub>1</sub>, Q<sub>2</sub> y Q<sub>3</sub> pueden ser iguales o diferentes entre sí y son cada uno independientemente un polialquilenglicol lineal o ramificado. R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> son cada uno independientemente un grupo funcional. Los grupos funcionales incluyen un grupo fosfato, grupo fosfito, hipofosfato, hipofosfito, polifosfato, tiofosfato, ditioposfato, tiocarbamato, ditiocarbamato, borato, tiosulfato, grupo sulfato o grupo sulfonato. "n" es desde  
35 0 hasta aproximadamente 10, y "x" es desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 30. Los grupos funcionales pueden estar en su forma ácida o neutralizados.

40 El polialquilenglicol presenta un peso molecular de desde aproximadamente 200 hasta aproximadamente 100.000, más preferentemente desde aproximadamente 400 hasta aproximadamente 30.000, y todavía más preferentemente desde aproximadamente 1.000 hasta aproximadamente 20.000, todavía más preferentemente desde aproximadamente 1.000 hasta aproximadamente 10.000, todavía más preferentemente desde aproximadamente 3.000 hasta aproximadamente 10.000 y todavía más preferentemente el peso molecular es de aproximadamente 6000. Preferentemente, el polialquilenglicol es polietilenglicol o polipropilenglicol. Más preferentemente, Q<sub>1</sub>, Q<sub>2</sub> y Q<sub>3</sub> son cada uno independientemente un polietilenglicol.

45 Se preparan lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados haciendo reaccionar desde aproximadamente el 90% hasta aproximadamente el 99% en peso de un polialquilenglicol con desde aproximadamente el 10% hasta aproximadamente el 1% en peso de un reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a un polialquilenglicol. Preferentemente, se preparan lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados haciendo reaccionar desde  
50 aproximadamente el 95% hasta aproximadamente el 98,5% en peso de un polialquilenglicol con desde aproximadamente el 1,5% hasta aproximadamente el 5% en peso de un reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a polialquilenglicol.

55 En una forma de realización, el reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a un polialquilenglicol es un ácido fosfórico o un derivado del mismo. Los derivados de ácido fosfórico incluyen aquellos compuestos conocidos por los expertos en la materia. Los derivados de ácido fosfórico incluyen, por ejemplo, oxiclورو de fósforo y pentóxido de fósforo. Preferentemente, el polialquilenalcohol se hace reaccionar con ácido fosfórico o pentóxido de fósforo. Más preferentemente, el polialquilenol se hace reaccionar con pentóxido de fósforo.

- 5 El polialquilenglicol y el reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a un polialquilenglicol se hacen reaccionar durante desde aproximadamente 0,5 hasta aproximadamente 15 horas. Preferentemente, el polialquilenglicol y el reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a un polialquilenglicol se hacen reaccionar desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 6 horas, más preferentemente durante desde aproximadamente 1,5 hasta aproximadamente 5 horas, todavía más preferentemente desde aproximadamente 2,5 hasta aproximadamente 3,5 horas, y todavía más preferentemente durante aproximadamente 2 horas.
- 10 El polialquilenglicol y el reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a un polialquilenglicol se hacen reaccionar a desde aproximadamente 65 hasta aproximadamente 130 grados centígrados. Preferentemente, el polialquilenglicol y el reactivo que puede unir un grupo funcional R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> a un polialquilenglicol se hacen reaccionar a desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 100 grados centígrados, más preferentemente desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 85 grados centígrados.
- 15 El producto de reacción consiste en polialquilenglicol funcionalizado, oligómeros de alto peso molecular en los que varias unidades de polialquilenglicol se conectan mediante grupos funcionales y polialquilenglicol sin reaccionar. Tras la reacción, se filtra el producto de reacción y se enfría hasta temperatura ambiente. Tras el enfriamiento, se atomiza el producto de reacción.
- 20 El lubricante de polialquilenglicol funcionalizado presenta una temperatura de fusión de desde aproximadamente 55 hasta aproximadamente 80 grados centígrados. Preferentemente, el intervalo de temperatura de fusión es de desde aproximadamente 55 hasta aproximadamente 70 grados centígrados, e incluso más preferentemente desde aproximadamente 60 hasta aproximadamente 65 grados centígrados.
- 25 En una forma de realización, se preparan lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados haciendo reaccionar desde aproximadamente el 90% hasta aproximadamente el 99% en peso de un polietilenglicol con desde aproximadamente el 10% hasta aproximadamente el 1% en peso de pentóxido de fósforo. El polialquilenglicol y pentóxido de fósforo se hacen reaccionar durante desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 4 horas a desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 100 grados centígrados. El producto de reacción consiste en fosfato de polietilenglicol, fosfato de di(polietilenglicol), difosfato de polietilenglicol, oligómeros de alto peso molecular que presentan varias unidades de polialquilenglicol conectadas mediante grupos fosfato, y polietilenglicol sin reaccionar.
- 30 En otra forma de realización, se preparan lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados haciendo reaccionar desde aproximadamente el 97% hasta aproximadamente el 98% en peso de un polietilenglicol, PEG6000PF, obtenido de Clariant con desde aproximadamente el 3% hasta aproximadamente el 2% en peso de pentóxido de fósforo. El polialquilenglicol y pentóxido de fósforo se hacen reaccionar durante desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 4 horas a desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 85 grados centígrados.
- 35 En una forma de realización, los lubricantes sólidos incluyen una combinación de lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados y al menos un lubricante adicional. Los lubricantes adicionales son lubricantes convencionales internos que incluyen, por ejemplo, ésteres de ácidos montánicos que presentan alcoholes multifuncionales. Los ésteres de ácidos montánicos incluyen, por ejemplo, Licowax E® disponible de Clariant Corporation. Los ejemplos de lubricantes adicionales de este tipo incluyen compuestos de estearato, tales como estearatos de litio, zinc, manganeso y calcio disponibles comercialmente de Witco Corp., y poliolefinas disponibles comercialmente de Shamrock Technologies, Inc.; mezclas de estearatos de zinc y litio disponibles comercialmente de Alcan Powders & Pigments como Ferrolube M, y mezclas de etilen-bis-estearamidas con estearatos metálicos tales como Witco ZB-90. Otros lubricantes convencionales que pueden utilizarse como parte del lubricante sólido incluyen ACRAWAX (disponible de Lonza Corporation) y KENOLUBE (disponible de Höganäs AG de Suecia).
- 40 Preferentemente, los lubricantes adicionales son aminas, amidas o poliamidas, sales metálicas de las poliamidas, ácidos grasos C<sub>10</sub> a C<sub>25</sub>, o alcoholes grasos, sales metálicas de los ácidos grasos, o combinaciones de los mismos. Preferentemente, los lubricantes adicionales de poliamida presentan un intervalo de fusión que comienza a una temperatura de al menos aproximadamente 70°C. Más preferentemente, el lubricante adicional de poliamida es etilen-bis-estearamida que está disponible comercialmente como ACRAWAX de Lonza Corporation.
- 45 Los lubricantes adicionales de ácido graso C<sub>10</sub> a C<sub>25</sub> son un ácido monocarboxílico alifático saturado o insaturado. Preferentemente, el ácido monocarboxílico es un ácido saturado C<sub>12</sub>-C<sub>20</sub>. El ácido monocarboxílico saturado más preferido es el ácido esteárico. El ácido monocarboxílico insaturado más preferido es el ácido oleico.
- 50 Alternativamente, puede emplearse una sal metálica del lubricante adicional de ácido grado C<sub>10</sub> a C<sub>25</sub> en lugar del ácido graso C<sub>10</sub> a C<sub>25</sub>.
- 55 Las mejoras beneficiosas en las propiedades en verde que resultan de la utilización de lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados son generalmente proporcionales a la cantidad de los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados con relación a cualquier otro lubricante interno. Por tanto, se prefiere que los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados constituyan generalmente al menos aproximadamente el 10%,
- 60
- 65

preferentemente al menos aproximadamente el 30%, más preferentemente al menos aproximadamente el 50%, e incluso más preferentemente al menos aproximadamente el 75%, en peso del lubricante interno sólido presente en la composición de polvos metalúrgicos. En algunas formas de realización, el lubricante de polialquilenglicol funcionalizado comprende todo el lubricante sólido.

5 La presente invención se refiere a procedimientos de preparación de los lubricantes sólidos. En una realización, el lubricante sólido incluye una combinación de partículas secas diferenciadas de los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados y partículas secas diferenciadas de al menos un lubricante adicional. El lubricante sólido se prepara utilizando técnicas de mezclado en seco o en húmedo convencionales.

10 El tamaño de partícula promedio en peso de las partículas de lubricante sólido diferenciadas es preferentemente de entre aproximadamente 2 y 200 micras, más preferentemente de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 150 micras, e incluso más preferentemente de entre aproximadamente 10 y 110 micras. Preferentemente, aproximadamente el 90% en peso de las partículas de lubricante de polialquilenglicol funcionalizado son menores que aproximadamente 200 micras, preferentemente menores que aproximadamente 175 micras, y más preferentemente menores que aproximadamente 150 micras. Preferentemente, al menos el 90% en peso de las partículas de lubricante de polialquilenglicol funcionalizado son mayores que aproximadamente 3 micras, preferentemente mayores que aproximadamente 5 micras y más preferentemente mayores que aproximadamente 10 micras. El tamaño de partícula se mide mediante procedimientos de difracción láser convencionales.

20 En otra forma de realización, los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados se producen en la forma final de las partículas que son una combinación homogénea de lubricante de polialquilenglicol funcionalizado y al menos un lubricante adicional. El lubricante sólido se prepara mediante técnicas de combinación en estado fundido tradicionales.

25 El lubricante sólido se combina en el polvo metalúrgico generalmente en una cantidad de desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 20 por ciento en peso, basado en el peso de la composición de polvos metalúrgicos. Preferentemente, el lubricante sólido constituye de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 5 por ciento en peso, más preferentemente desde aproximadamente el 0,1 hasta aproximadamente el 2 por ciento en peso, e incluso de manera más preferible aproximadamente el 0,1-0,8 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición de polvos metalúrgicos.

30 Puede incorporarse opcionalmente un agente aglutinante en las composiciones de polvos metalúrgicos. El agente aglutinante es útil para impedir la segregación y/o empolvado de los polvos de aleación o cualquier otro aditivo con fines especiales utilizado comúnmente con polvos de hierro o acero. Por tanto, el agente aglutinante potencia la uniformidad de composición y homogeneidad de aleación de las piezas metálicas sinterizadas finales.

35 Los agentes aglutinantes que se utilizan son los empleados comúnmente en las técnicas pulvimetalúrgicas. Los ejemplos incluyen los ilustrados en la patente US nº 4.483.905 y la patente US nº 4.834.800, que se incorporan a la presente memoria como referencia. Los aglutinantes de este tipo incluyen poliglicoles tales como polietilenglicol o polipropilenglicol, glicerina, poli(alcohol vinílico), homopolímeros o copolímeros de acetato de vinilo; resinas de éter o éster celulósico, polímeros o copolímeros de metacrilato, resinas alquídicas, resinas de poliuretano, resinas de poliéster y combinaciones de los mismos. Otros ejemplos de agentes aglutinantes que son aplicables son los poli(óxidos de alqueno) de alto peso molecular. El agente aglutinante puede añadirse al polvo a base de metal según los procedimientos enseñados por la patente US nº 4.483.905 y la patente US nº 4.834.800, que se incorporan a la presente memoria como referencia en su totalidad.

40 Generalmente, el agente aglutinante se añade en una forma líquida y se mezcla con los polvos hasta alcanzar una buena humectación de los polvos. Aquellos agentes aglutinantes que están en forma líquida en condiciones ambientales pueden añadirse al polvo a base de metal como tales, pero se prefiere que el aglutinante, o bien líquido o bien sólido, se disuelva o se disperse en un disolvente orgánico y se añada como esta disolución líquida, proporcionando de ese modo una distribución sustancialmente homogénea del aglutinante en la totalidad de la mezcla.

55 La cantidad de agente aglutinante que va a añadirse al polvo a base de metal depende de factores tales como la densidad y distribución del tamaño de partícula del polvo de aleación, y el peso relativo del polvo de aleación en la composición, tal como se trata en la patente US nº 4.834.800 y en solicitud en tramitación junto con la presente con nº de serie 848.264 presentada el 9 de marzo de 1992. Generalmente, el aglutinante se añadirá al polvo a base de metal en una cantidad de aproximadamente el 0,001-1% en peso, basado en el peso total de la composición de polvos metalúrgicos. Preferentemente, desde aproximadamente el 0,01 por ciento en peso hasta aproximadamente el 0,5 por ciento en peso, más preferentemente desde aproximadamente el 0,05 por ciento en peso hasta aproximadamente el 0,5 por ciento en peso con respecto al polvo a base de metal.

60 La presente invención también se refiere a procedimientos de preparación de composiciones de polvos metalúrgicos. En una realización, se preparan composiciones de polvos metalúrgicos mezclando en primer lugar un polvo a base de metal, un lubricante sólido, un polvo de aleación opcional, y un aglutinante opcional utilizando técnicas de



combinación convencionales. Esta mezcla se forma mediante técnicas de combinación de partículas sólidas convencionales para formar una combinación de partículas sustancialmente homogénea. En otras formas de realización, se preparan composiciones de polvos metalúrgicos proporcionando en primer lugar un polvo a base de metal, y entonces recubriendo el polvo con un lubricante sólido. Los polvos a base de metal se recubren con lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados mediante técnicas convencionales conocidas por los expertos en la materia, incluyendo, por ejemplo, técnicas de unión con disolventes.

Con la composición de lubricante según la presente invención, se fabrican piezas metálicas que se compactan en un troquel según técnicas metalúrgicas convencionales. Se preparan piezas metálicas proporcionando una composición de polvos metalúrgicos, y comprimiendo la composición de polvos metalúrgicos a una presión de al menos aproximadamente 5 tsi para formar una pieza metálica. En una forma de realización, la presión de compactación es de aproximadamente 5-100 toneladas por pulgada cuadrada (69-1379 MPa), preferentemente de aproximadamente 20-100 tsi (276-1379 MPa) y más preferentemente de aproximadamente 25-70 tsi (345-966 MPa).

En otra forma de realización, se ha encontrado que la utilización de lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados proporciona densidades de compactación potenciadas a presiones de compactación mayores que aproximadamente 50 tsi. Preferentemente, se ha encontrado que las presiones de compactación mayores que aproximadamente 60 tsi, más preferentemente de desde aproximadamente 60 tsi hasta aproximadamente 120 tsi, y todavía más preferentemente incluso de hasta aproximadamente 200 tsi, proporciona densidades de compactación potenciadas. Las técnicas de compactación utilizadas para lograr presiones de compactación mayores que 50 tsi incluyen técnicas de prensado mecánicas e hidráulicas convencionales, pero también incluyen técnicas de compactación de alta velocidad y de compactación de polvos directas, explosivas. Tras la compactación, la pieza puede sinterizarse según técnicas metalúrgicas convencionales. En otras formas de realización, tras la compactación, la pieza no se sinteriza, pero se acaba según técnicas metalúrgicas convencionales.

### Ejemplos

Los siguientes ejemplos, que no pretenden ser limitativos, presentan determinadas formas de realización y ventajas de la presente invención. A menos que se indique lo contrario, cualquier porcentaje es en peso.

Se llevaron a cabo ensayos para comparar los lubricantes sólidos con lubricantes de cera convencionales. Se prepararon diferentes composiciones de polvos metalúrgicos y se compararon con una composición de polvos metalúrgicos de referencia que contenía un lubricante convencional. Las composiciones de polvos metalúrgicos incluían un lubricante sólido que se componía sustancialmente de un lubricante de polialquilenglicol funcionalizado.

Se prepararon los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados haciendo reaccionar 100 gramos de un polietilenglicol, PEG6000PF, obtenido de Clariant, con 2,3 gramos de pentóxido de fósforo en un reactor de vidrio de laboratorio. En primer lugar, se añadió el polietilenglicol al reactor y se calentó hasta aproximadamente 75 grados. Entonces se añadió de manera incremental el pentóxido de fósforo a lo largo de 1 hora. Entonces se mantuvo la mezcla de reacción a una temperatura de desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 80 grados centígrados durante aproximadamente 2 horas mientras se agitaban los reactivos. Se retiró el lubricante de polialquilenglicol funcionalizado del reactor y se enfrió.

Los lubricantes de polialquilenglicol funcionalizados consistían en fosfato de polietilenglicol, fosfato de di(polietilenglicol), difosfato de polietilenglicol, oligómeros de alto peso molecular que presentaban varias unidades de polialquilenglicol conectadas mediante grupos fosfato, y polietilenglicol sin reaccionar. Se mezcló el lubricante de polietilenglicol funcionalizado con la composición de polvos metálicos antes de mezclar con el lubricante adicional.

Cuando se indica a continuación, se utilizaron técnicas de unión con disolventes para mezclar polvos metálicos y lubricantes sólidos. Se unió con disolventes el lubricante de polietilenglicol funcionalizado a la composición de polvos metálicos antes de mezclar con un lubricante adicional. Se utilizaron técnicas de unión con disolventes convencionales. Por ejemplo, se disolvieron en primer lugar los lubricantes sólidos en un disolvente. Entonces se pulverizaron los polvos metálicos o se sumergieron en la disolución de disolvente/lubricante. Finalmente se retiró el disolvente depositando de ese modo el lubricante sobre la superficie de las partículas de polvos metálicos.

Se mezclaron las composiciones de polvos metalúrgicos en equipo de mezclado en botella de laboratorio convencional durante aproximadamente 20-30 minutos. Entonces se compactaron las composiciones de polvos metalúrgicos para dar barras verdes en un troquel a una presión de 50 o 60 TSI. En algunos experimentos, se sinterizaron entonces las barras verdes en una atmósfera de amoniaco disociado durante aproximadamente 30 minutos a temperaturas de aproximadamente 1120°C (2050°F).

Se determinaron las propiedades físicas de las composiciones de polvos metalúrgicos y de las barras verdes y sinterizadas generalmente según los siguientes procedimientos de ensayo y fórmulas:

Propiedad	Procedimiento de ensayo
Densidad aparente (g/cc)	Norma ASTM B212-76
Cambio dimensional (%)	Norma ASTM B610-76
Flujo (s/50 g)	Norma ASTM B213-77
Densidad en verde (g/cc)	Norma ASTM B331-76
Resistencia en verde (psi)	Norma ASTM B312-76
Dureza (R <sub>B</sub> )	Norma ASTM E18-84
Densidad de sinterización (g/cc)	Norma ASTM B3331-76

$$\text{Expansión en verde: G.E. (\%)} = 100 \left[ \frac{(\text{longitud de la barra verde}) - (\text{longitud del troquel})}{\text{longitud del troquel}} \right]$$

5 Además, se midieron la presión de desmoldeo y deslizamiento para cada barra verde. La presión de desmoldeo mide la fricción estática que debe superarse para iniciar la expulsión de una pieza compactada de un troquel. Se calculó como el cociente de la carga necesaria para empezar la expulsión a lo largo del área en sección transversal de la pieza que está en contacto con la superficie del troquel, y se notifica en unidades de psi.

10 La presión de deslizamiento es una medida de la fricción cinética que debe superarse para continuar con la expulsión de la pieza de la cavidad de molde; se calcula como el cociente de la carga medio observada cuando la pieza atraviesa la distancia desde el punto de compactación hasta la boca del troquel, dividido entre el área superficial de la pieza que está en contacto con la superficie del troquel, y se notifica en unidades de psi.

15 Se registraron las presiones de desmoldeo y deslizamiento durante la expulsión de la barra verde tal como sigue. Tras la etapa de compactación, se retiró uno de los punzones de troquel del troquel, y se puso presión sobre el segundo punzón de troquel con el fin de empujar a barra verde desde el troquel. Se registró la carga necesaria para iniciar el movimiento de la pieza. Una vez que la barra verde comenzó a moverse, se empujó la barra desde el troquel a una velocidad de 0,10 cm (0,04 pulgadas) por segundo. La presión de desmoldeo era la presión para el procedimiento en el punto en el que se inició el movimiento. La presión de deslizamiento era la presión observada cuando la pieza atraviesa la distancia desde el punto de compactación hasta la boca del troquel.

**Ejemplo 1**

25 La primera composición de referencia, composición de referencia A contenía el 96,9% en peso de polvo de acero ANCORSTEEL 85HP de Hoeganaes, el 2,0% en peso de polvo de níquel (INCO123, Inco) y el 0,6% en peso de polvo de grafito (calidad 3203HS, Ashbury Graphite Mill) y el 0,3% en peso de un lubricante convencional, (polietilenglicol; PEG6000PF de Clariant) y el 0,2% en peso de un lubricante adicional, (Acrawax C de Lonza). La primera composición de ensayo, la composición A, era igual a la composición de referencia A, excepto en que el lubricante convencional se sustituyó por el 0,3% en peso de lubricante sólido que se componía de un lubricante de polietilenglicol funcionalizado.

35 Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 1:

PROPIEDADES DE POLVO	Comp. de referencia A	Composición A
Densidad aparente (g/cc)	3,13	3,11
Flujo (s/50 g)	26,7	29,2

Los resultados de ensayo muestran que la fluidez de la composición A era menor que la fluidez de la composición de referencia A. La densidad aparente de la composición A era similar a la densidad aparente de la composición de referencia A.

40 Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 60 tsi y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 2:

PROPIEDADES EN VERDE	Comp. de referencia A	Composición A
DENSIDAD EN VERDE	7,40	7,40
RESISTENCIA EN VERDE	5796	5588
EXPANSIÓN EN VERDE	0,18	0,14
PRESIÓN DE DESMOLDEO	4684	4109
PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO	2717	2345

45 Las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición A eran menores que las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición de referencia

A. La expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición A era menor que la expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia A. La resistencia en verde y las densidades en verde de las barras fabricadas a partir de la composición A eran similares a la resistencia en verde y las densidades en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia A.

5

Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 3:

TABLA 3		
PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN	Comp. de referencia A	Composición A
Densidad de sinterización (g/cc)	7,43	7,43
Resistencia TRS	243.541	235.465
Dureza (Rockwell B)	95,7	95,5

10 La dureza y la densidad de sinterización de las barras fabricadas a partir de la composición A eran similares a la dureza y densidad de sinterización de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia A.

15 Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan menores expansiones en verde que pueden compactarse para dar piezas que son también más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

**Ejemplo 2**

20 Se llevaron a cabo ensayos con composiciones de polvos metalúrgicos que presentaban diferentes composiciones de lubricantes sólidas que las utilizadas en el ejemplo 1. La segunda composición de ensayo, la composición B, era igual a la composición A, excepto en que se sustituyó el lubricante adicional por el 0,2% en peso de un lubricante adicional diferente (Kenolube de Höganäs AG de Suecia). Se unió con disolventes el lubricante de polietilenglicol funcionalizado a la composición de polvos metálicos antes de mezclar con el lubricante adicional. La segunda composición de referencia, la composición de referencia B, era igual a la composición B, excepto en que se sustituyó el lubricante de polialquilenglicol funcionalizado por el 0,3% en peso de un lubricante convencional, (polietilenglicol; PEG6000PF de Clariant).

25

Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 4:

TABLA 4		
PROPIEDADES DE POLVO	Comp. de referencia B	Composición B
Densidad aparente (g/cc)	3,18	3,13
Flujo (s/50 g)	24,3	26,1

30

Los resultados de ensayo muestran que la fluidez y la densidad aparente de la composición B eran menores que la fluidez y la densidad aparente de la composición de referencia.

35 Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 60 toneladas por pulgada cuadrada (tsi) y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 5:

TABLA 5		
PROPIEDADES EN VERDE	Comp. de referencia B	Composición B
DENSIDAD EN VERDE	7,39	7,39
RESISTENCIA EN VERDE	4831	4998
EXPANSIÓN EN VERDE	0,18	0,15
PRESIÓN DE DESMOLDEO	4305	4060
PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO	2441	2365

40 Las presiones de desmoldeo y deslizamiento de las barras fabricadas a partir de la composición B eran menores que las de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia B. La resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición B era mayor que la resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia. La expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición B era menor que la expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia B. La densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición B era similar a la densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia B.

45

Entonces se sinterizaron las barras. Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 6:

TABLA 6		
PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN	Comp. de referencia B	Composición B
Densidad de sinterización (g/cc)	7,42	7,43
Resistencia TRS	235.236	240.133
Dureza (Rockwell B)	95,2	95,6

La densidad de sinterización de las barras fabricadas a partir de la composición B era ligeramente mayor que la densidad de sinterización de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia B. Las barras fabricadas a partir de la composición B también presentaban una mayor dureza y resistencia a la ruptura transversal en comparación con las barras fabricadas a partir de la composición de referencia B.

Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan menores expansiones en verde que pueden compactarse para dar piezas que son también más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

### Ejemplo 3

Se llevaron a cabo ensayos con composiciones de polvos metalúrgicos que presentaban diferentes composiciones de lubricante sólidas que las utilizadas en los ejemplos 1 y 2. La tercera composición de ensayo, la composición C, era igual a la composición A, excepto en que se substituyó el lubricante adicional por el 0,2% en peso de un lubricante adicional diferente (Licowax E de Clariant). Se unió con disolventes el lubricante de polietilenglicol funcionalizado a la composición de polvos metálicos antes de mezclar con el lubricante adicional. La tercera composición de referencia, la composición de referencia C, era igual a la composición C, excepto en que se substituyó el lubricante de polialquilenglicol funcionalizado por el 0,3% en peso de un lubricante convencional, (polietilenglicol; PEG6000PF de Clariant).

Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 7:

TABLA 7		
PROPIEDADES DE POLVO	Comp. de referencia C	Composición C
Densidad aparente (g/cc)	3,04	3,04
Flujo (s/50 g)	27,9	31,7

La fluidez de la composición C era menor que la fluidez de la composición de referencia C. La densidad aparente de la composición C era similar a la densidad aparente de la composición de referencia C.

Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 60 tsi y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 8:

TABLA 8		
PROPIEDADES EN VERDE	Comp. de referencia C	Composición C
DENSIDAD EN VERDE	7,40	7,39
RESISTENCIA EN VERDE	5338	5348
EXPANSIÓN EN VERDE	0,19	0,16
PRESIÓN DE DESMOLDEO	4247	3837
PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO	2661	2181

Las presiones de desmoldeo y deslizamiento eran menores para las barras fabricadas a partir de la composición C en comparación con las barras fabricadas a partir de la composición de referencia C. La expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición C era menor que la expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia C. La resistencia en verde y la densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición C eran similares a la resistencia en verde y la densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia C.

Entonces se sinterizaron las barras. Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 9:

TABLA 9		
PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN	Comp. de referencia C	Composición C
Densidad de sinterización (g/cc)	7,43	7,43
Resistencia TRS	233.753	233.439
Dureza (Rockwell B)	97,1	97,6

La densidad de sinterización y la resistencia a la ruptura transversal de las barras fabricadas a partir de la composición C era similar a la densidad de sinterización y la resistencia a la ruptura transversal de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia C.

- 5 Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan menores expansiones en verde que pueden compactarse para dar piezas que también son más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

10 **Ejemplo 4**

La cuarta composición de ensayo, la composición D, era igual a la composición A, excepto en que se sustituyó el lubricante sólido por el 0,5% en peso de lubricante sólido que se componía de (a) el 0,3% en peso de un lubricante de polietilenglicol funcionalizado, y (b) el 0,2% en peso de un lubricante adicional, un alcohol estearílico fosfatado. Se preparó el alcohol estearílico fosfatado haciendo reaccionar el 80 por ciento en peso de alcohol estearílico con el 20 por ciento en peso de pentóxido de fósforo de durante de aproximadamente 2 a aproximadamente 4 horas a de aproximadamente 75 a aproximadamente 90 grados centígrados según los procedimientos descritos en la solicitud de patente US con nº de serie 10/280.409 (aún sin ceder), expediente nº HOE-0682, presentada el 23 de octubre de 2002. Se unió con disolventes el lubricante de polietilenglicol funcionalizado a la composición de polvos metálicos antes de mezclar con el lubricante adicional. La composición de referencia D era igual a la composición D excepto en que se sustituyó el lubricante de polietilenglicol funcionalizado por el 0,3% en peso de polietilenglicol (PEG6000PF de Clariant).

25 Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 10:

TABLA 10		
PROPIEDADES DE POLVO	Comp. de referencia D	Composición D
Densidad aparente (g/cc)	3,16	3,21
Flujo (s/50 g)	23,6	25,3

La densidad aparente de la composición D era mayor que la de las composiciones de referencia D.

- 30 Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 60 tsi y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 11:

TABLA 11		
PROPIEDADES EN VERDE	Comp. de referencia D	Composición D
DENSIDAD EN VERDE	7,41	7,41
RESISTENCIA EN VERDE	3803	4842
EXPANSIÓN EN VERDE	0,21	0,16
PRESIÓN DE DESMOLDEO	3596	3571
PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO	1854	1825

- 35 Las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición D eran similares a la presión de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de las composiciones de referencia D. La resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición D era mayor que la resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia D. La expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición D era menor que la expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia D. La densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición D era similar a la densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia D.

- 40 Entonces se sinterizaron las barras. Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 12:

TABLA 12		
PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN	Comp. de referencia D	Composición D
Densidad de sinterización (g/cc)	7,45	7,44
Resistencia TRS	241.034	232.316
Dureza (Rockwell B)	97,7	97,1

- 45 Las propiedades de sinterización de las barras fabricadas a partir de la composición D eran similares a las propiedades de sinterización de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia D.

Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan mayores resistencias en verde. Las piezas fabricadas a partir de estas

composiciones son más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

**Ejemplo 5**

5 La quinta composición de ensayo, la composición E, era igual a la composición A, excepto en que se sustituyó el lubricante sólido por el 0,4% en peso de lubricante sólido que se componía de un lubricante de polietilenglicol funcionalizado y el 0,1% en peso de un lubricante adicional, un alcohol estearílico fosfatado. Se unió con disolventes el lubricante de polietilenglicol funcionalizado a la composición de polvos metálicos antes de mezclar con el  
10 lubricante adicional. La quinta composición de referencia, la composición de referencia E, era igual a la composición E, excepto en que se sustituyó el lubricante de polialquilenglicol funcionalizado por el 0,4% en peso de polietilenglicol (PEG6000PF de Clariant).

Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 13:

15

TABLA 13		
PROPIEDADES DE POLVO	Comp. de referencia E	Composición E
Densidad aparente (g/cc)	3,03	3,06
Flujo (s/50 g)	25,7	27,7

La fluidez de la composición E era menor que la de las composiciones de referencia E. La densidad aparente de la composición E era mayor que la de la composición de referencia E.

20 Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 60 tsi y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 14:

TABLA 14		
PROPIEDADES EN VERDE	Comp. de referencia E	Composición E
DENSIDAD EN VERDE	7,41	7,41
RESISTENCIA EN VERDE	5492	6159
EXPANSIÓN EN VERDE	0,21	0,20
PRESIÓN DE DESMOLDEO	4734	3933
PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO	2467	2205

25 Las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición E eran menores que la presión de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de las composiciones de referencia E. La resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición E era mayor que la resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia E. La expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición E era menor que la expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia E. La densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición E era similar  
30 a la densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia E.

Entonces se sinterizaron las barras. Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 15:

TABLA 15		
PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN	Comp. de referencia E	Composición E
Densidad de sinterización (g/cc)	7,45	7,47
Resistencia TRS	253.728	249.217
Dureza (Rockwell B)	96,2	96,8

35 La densidad de sinterización y la resistencia a la ruptura transversal de las barras fabricadas a partir de la composición E era similar a la densidad de sinterización y la resistencia a la ruptura transversal de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia E.

40 Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan menores expansiones en verde y mayores resistencias en verde. Las piezas fabricadas a partir de estas composiciones son más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

45 **Ejemplo 6**

La sexta composición de ensayo, la composición F, contenía el 96,8% en peso de polvo de acero ANCORSTEEL 85HP de Hoeganaes, el 2,0% en peso polvo de níquel (INCO123, Inco), el 0,6% en peso polvo de grafito (calidad

3203HS, Ashbury Graphite Mill) y el 0,6% en peso de un lubricante sólido que se componía de un lubricante de polietilenglicol funcionalizado. Se mezcló el lubricante sólido con el polvo metálico.

5 La sexta composición de referencia, la composición de referencia F, era igual a la composición F, excepto en que se sustituyó el lubricante sólido por el 0,6% en peso de un lubricante convencional, polietilenglicol (PEG6000PF de Clariant).

Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 16:

TABLA 16		
PROPIEDADES DE POLVO	Comp. de referencia F	Composición F
Densidad aparente (g/cc)	2,96	3,02
Flujo (s/50 g)	34,1	34,1

10 La fluidez de la composición F era similar a la fluidez de la composición de referencia F. La densidad aparente de la composición F era mayor que la densidad aparente de la composición de referencia F.

15 Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 50 tsi y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 17:

TABLA 17		
PROPIEDADES EN VERDE	Comp. de referencia F	Composición F
DENSIDAD EN VERDE	7,33	7,36
RESISTENCIA EN VERDE	6507	6713
EXPANSIÓN EN VERDE	0,13	0,14
PRESIÓN DE DESMOLDEO	4344	3661
PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO	1575	1236

20 Las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición F eran menores que las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición de referencia F. La resistencia en verde y las densidades en verde de las barras fabricadas a partir de la composición F eran mayores que la resistencia en verde y las densidades en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia F.

25 Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 18:

TABLA 18		
PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN	Comp. de referencia F	Composición F
Densidad de sinterización (g/cc)	7,33	7,36
Resistencia TRS	212.898	216.479
Dureza (Rockwell B)	92,3	93,4

30 La densidad de sinterización, la resistencia a la ruptura transversal y la dureza de las barras fabricadas a partir de la composición F eran mayores que la densidad de sinterización, la resistencia a la ruptura transversal y la dureza de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia F.

35 Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan mayor densidad aparente, resistencia en verde, densidad en verde, densidad de sinterización, resistencia y dureza en comparación con la composición de referencia. Se compacta el lubricante de polialquilenglicol funcionalizado para dar piezas que también son más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

### Ejemplo 7

40 La séptima composición de ensayo, la composición de ensayo G, era igual a la composición A, excepto en que se sustituyó el lubricante sólido por el 0,5% en peso de lubricante sólido que se componía de un lubricante de polietilenglicol funcionalizado. Se unió con disolventes el lubricante sólido con la composición de polvos metálicos. La composición de referencia G contenía el 96,65% en peso de polvo de acero ANCORSTEEL 85HP de Hoeganaes, el 2,0% en peso de polvo de níquel (INCO123, Inco) y el 0,6% en peso de polvo de grafito (calidad 3203HS, Ashbury Graphite Mill), el 0,75% en peso de un lubricante convencional, Acrawax C (Lonza).

45 Se muestran las propiedades de polvo para las composiciones en la tabla 19:

<b>TABLA 19</b>		
<b>PROPIEDADES DE POLVO</b>	<b>Comp. de referencia G</b>	<b>Composición G</b>
<b>Densidad aparente (g/cc)</b>	3,10	3,11
<b>Flujo (s/50 g)</b>	Sin flujo	26,6

La fluidez de la composición E era mejor que la de las composiciones de referencia F.

5 Se prensaron las composiciones de polvos para dar barras a 60 tsi y 145 grados Fahrenheit. Se muestran las propiedades de compactación de las barras verdes en la tabla 20:

<b>TABLA 20</b>		
<b>PROPIEDADES EN VERDE</b>	<b>Comp. de referencia G</b>	<b>Composición G</b>
<b>DENSIDAD EN VERDE</b>	7,25	7,43
<b>RESISTENCIA EN VERDE</b>	2378	7385
<b>EXPANSIÓN EN VERDE</b>	0,14	0,21
<b>PRESIÓN DE DESMOLDEO</b>	3836	3746
<b>PRESIÓN DE DESLIZAMIENTO</b>	1984	1480

10 Las presiones de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de la composición G eran menores que la presión de desmoldeo y deslizamiento para las barras fabricadas a partir de las composiciones de referencia G. La resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición G era sustancialmente mayor que la resistencia en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia G. La expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición G era mayor que la expansión en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia G. La densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición G era sustancialmente mayor que la densidad en verde de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia G.

15 Entonces se sinterizaron las barras. Se muestran las propiedades de sinterización para las composiciones en la tabla 21:

<b>TABLA 21</b>		
<b>PROPIEDADES DE SINTERIZACIÓN</b>	<b>Comp. de referencia G</b>	<b>Composición G</b>
<b>Densidad de sinterización (g/cc)</b>	7,26	7,48
<b>Resistencia TRS</b>	211.775	232.701
<b>Dureza (Rockwell B)</b>	92,7	95,7

25 La densidad de sinterización y la resistencia a la ruptura transversal de las barras fabricadas a partir de la composición G eran mayores que la densidad de sinterización y la resistencia a la ruptura transversal de las barras fabricadas a partir de la composición de referencia G.

30 Por tanto, la incorporación del lubricante de polialquilenglicol funcionalizado da como resultado composiciones de polvos metálicos que presentan mayor resistencia en verde y densidad en verde. Las piezas fabricadas a partir de estas composiciones son más fáciles de retirar del troquel tal como se muestra por las menores fuerzas de expulsión requeridas para retirar las barras verdes de un troquel.

Los expertos en la materia apreciarán que pueden realizarse numerosos cambios y modificaciones a las formas de realización preferidas de la invención y que tales cambios y modificaciones pueden realizarse sin apartarse del espíritu de la invención.



**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para preparar una composición de lubricante sólida para su utilización en composiciones de polvos metalúrgicos, que comprende las etapas siguientes:
- 5 hacer reaccionar entre aproximadamente el 90% y aproximadamente el 99% en peso de un polialquilenglicol con entre aproximadamente el 10% y aproximadamente el 1% en peso de un reactivo funcionalizado durante un periodo comprendido entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 15 horas a una temperatura comprendida entre aproximadamente 65 y aproximadamente 130 grados centígrados para formar un producto de reacción; y
- 10 enfriar el producto de reacción para obtener un sólido.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el polialquilenglicol es polietilenglicol que presenta un peso molecular comprendido entre aproximadamente 1000 y aproximadamente 20.000, y el reactivo funcionalizado es pentóxido de fósforo.
- 15
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que entre aproximadamente el 97% y aproximadamente el 98% en peso de un polietilenglicol se hace reaccionar con entre aproximadamente el 3% y aproximadamente el 2% en peso de pentóxido de fósforo durante un periodo comprendido entre aproximadamente 2 y aproximadamente 4 horas a una temperatura comprendida entre aproximadamente 70 y aproximadamente 85 grados centígrados.
- 20
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición de lubricante sólida presenta un intervalo de temperatura de fusión comprendido entre aproximadamente 55 y aproximadamente 80 grados centígrados.
- 25
5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el lubricante sólido presenta un tamaño de partícula medio en peso comprendido entre aproximadamente 2 y aproximadamente 200 micras.