

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 490 665**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.09.2010** **E 10747644 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.06.2014** **EP 2475481**

54 Título: **Composición de polvo metálico**

30 Prioridad:

08.09.2009 SE 0901160
08.09.2009 US 240393 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
04.09.2014

73 Titular/es:

HÖGANÄS AB (100.0%)
Bruksgatan 35
263 83 Höganäs, SE

72 Inventor/es:

LARSSON, MATS;
OLSSON, KARIN y
VIDARSSON, HILMAR

ES 2 490 665 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

Composición de polvo metálico

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de polvo metálico que contiene una combinación de lubricación, así como a un método para producir una composición de polvo metálico que contiene una combinación de lubricación y a un método para producir un componente en verde que tiene alta resistencia en verde.

10 Antecedentes de la invención

En la industria, cada vez está extendiéndose más el uso de productos de polvo metálico fabricados compactando y sinterizando composiciones de polvo metálico. Se están produciendo varios productos diferentes de forma y grosor variables, y los requisitos de calidad demandados de estos productos están aumentando constantemente.

Existen varias ventajas con el uso de métodos metalúrgicos en polvo para producir piezas estructurales en comparación con el mecanizado o la colada. Puesto que pueden producirse componentes en su forma final o próximos a su forma final, la utilización de material es mucho mayor en comparación con el mecanizado de componentes de acero en lingotes o forjado, y el consumo de energía es mucho menor en comparación con cuando se producen componentes mediante colada.

Con el fin de facilitar la compactación y la expulsión del componente compactado desde la matriz, se añaden lubricantes a la composición de polvo metálico. Se pretende que el lubricante reduzca la fricción entre las partículas de polvo individuales durante la etapa de compactación, promoviendo la posibilidad de alcanzar alta densidad en verde así como pudiendo formar una capa de lubricación entre las superficies del componente y la matriz durante la etapa de expulsión y reduciendo la fuerza necesaria con el fin de expulsar el componente así como impedir el rayado o la formación de arañazos en la superficie del componente expulsado. Además, un buen lubricante no influirá negativamente en las propiedades del polvo, es decir densidad aparente, DA, y flujo. La DA es una medida de la densidad por unidad de volumen del polvo o del volumen ocupado por la composición en polvo tras el llenado de la matriz, expresada como gramos/cm³, y medida según la norma ISO 3923-1. El flujo es una medida de cómo de rápido puede fluir una cantidad fija, 50 gramos, de la composición en polvo a través de un embudo normalizado, medido en segundos. El método se describe en la norma ISO 4490. Normalmente se prefiere un alto valor de DA permitiendo que se usen punzones más cortos y distancias de expulsión más cortas. Se prefiere una alta velocidad de llenado, es decir bajo valor de flujo en segundos, puesto que el tiempo para el llenado es más corto permitiendo una velocidad de producción aumentada.

Añadiendo un aglutinante, que también puede actuar como sustancia de lubricación, partículas más finas tales como grafito y otras sustancias de aleación en la composición de polvo a base de hierro pueden unirse a la superficie del polvo de hierro o a base de hierro más grueso impidiendo así la segregación en la composición. Tal segregación puede conducir de lo contrario a propiedades variables dentro de la pieza compactada y dispersión del peso aumentada entre las piezas compactadas.

Aparte de las características mencionadas anteriormente impuestas a un lubricante de alta calidad usado en la tecnología de prensado y sinterización de polvo metálico, también es necesario que un lubricante de este tipo confiera alta resistencia en verde a la pieza compactada. La resistencia en verde, es decir la resistencia de un componente antes de la sinterización, definida y medida según la norma ISO 3995, es una de las propiedades físicas más importantes de las piezas en verde. La importancia de esta propiedad aumenta con el aumento de la complejidad de la pieza compactada. La resistencia en verde aumenta con el aumento de la densidad de compactación y está influida por el tipo y la cantidad de lubricante mezclado con el polvo. El tipo de polvo de hierro usado también influirá en la resistencia en verde, teniendo el polvo de hierro esponjoso una forma más irregular, dando como resultado una resistencia en verde superior en comparación con polvo de hierro atomizado a pesar del hecho de que se obtiene una densidad en verde superior del componente compactado cuando se usa polvo de hierro atomizado. Por tanto, existe la necesidad de proporcionar un lubricante que proporcione alta resistencia en verde especialmente a componentes preparados a partir de composiciones de polvo a base de hierro atomizado. Con el fin de aumentar la resistencia en verde el cuerpo compactado puede tratarse térmicamente antes de la sinterización.

Se requiere alta resistencia en verde con el fin de impedir el agrietamiento en las piezas compactadas durante la expulsión desde la matriz e impedir que se vean dañadas durante la manipulación y el transporte entre la prensa y el horno de sinterización. Otra ventaja obtenida mediante la alta resistencia en verde es la posibilidad de mecanizar el componente en verde antes de la sinterización, lo que naturalmente es mucho más fácil que mecanizar el componente sinterizado. Esta ventaja es más pronunciada a mayor dureza y resistencia del componente sinterizado, haciendo que el mecanizado del componente en verde sea más atractivo en comparación con el mecanizado del componente sinterizado. Esto será especialmente evidente en el caso de que el componente esté endureciéndose mediante sinterización.

El desarrollo dentro del campo metalúrgico en polvo y referido especialmente a composiciones de polvo a base de hierro para prensado y sinterización ha sido intenso y en gran medida se ha centrado en proporcionar lubricantes nuevos y potenciados que mejoren las propiedades del polvo, la lubricación de la matriz, la densidad en verde o la resistencia en verde. Sin embargo, ha sido difícil obtener una sustancia de lubricación que mejore todas las propiedades esenciales puesto que algunas de ellas parecen contrarrestarse entre sí. Por tanto, existe la necesidad de obtener tal lubricante o composición de lubricación que mejore todas estas propiedades esenciales, especialmente cuando se usa en una composición de polvo a base de hierro atomizado.

La solicitud de patente WO 03/031099 de Ramstedt describe una combinación de lubricación que consiste esencialmente en el 10-60% en peso de éter de polietileno y siendo el resto una amida oligomérica. Esta combinación potencia la resistencia en verde de la pieza compactada. El documento EP1179607 describe un polvo de hierro que contiene un lubricante.

La patente estadounidense 6.605.251 de Vidarsson da a conocer un polímero a base de poliolefina que tiene un peso molecular promedio en peso de 500-10000 así como un método para obtener alta resistencia en verde de la pieza compactada calentando la pieza compactada hasta una temperatura por encima del pico de punto de fusión del polímero a base de poliolefina. Sin embargo, se ha notificado que cuando se usan tales poliolefinas solas como agentes de lubricación en composiciones metalúrgicas en polvo se produce un fenómeno denominado deslizamiento intermitente (*stick-slip*) durante la expulsión del cuerpo compactado desde la matriz. Esto significa que el cuerpo tiende a adherirse a la pared de la matriz durante la expulsión, aumentando instantáneamente la fuerza de expulsión, y cuando el componente desliza, disminuye instantáneamente la fuerza de expulsión necesaria. Esto se repetirá con una alta frecuencia provocando un ruido chirriante, vibraciones, alta tensión sobre la pieza sometida a expulsión y riesgo de agrietamiento de la pieza. El fenómeno de deslizamiento intermitente también se revela como una curva de la fuerza de expulsión dentada cuando se registra la fuerza de expulsión como función de la distancia expulsada.

Sumario de la invención

Un objeto de la invención es proporcionar cuerpos compactados que tienen una alta resistencia en verde de cómo mínimo 30 MPa, garantizando durabilidad para la manipulación y para garantizar el mecanizado del cuerpo, incluso a densidades en verde moderadas de aproximadamente 6,8-7,1 g/cm³.

Otro objeto de la invención es proporcionar un método para producir tales piezas compactadas.

Aún otro objeto de la invención es proporcionar una nueva combinación de lubricación que permita la fabricación de tales piezas compactadas.

Un objeto adicional de la invención es proporcionar una composición de polvo a base de hierro adecuada para producir cuerpos compactados que tengan una alta resistencia en verde, permitiendo la composición en polvo un flujo libre y un llenado no segregado de la herramienta de compactación a una alta velocidad y proporcionando una alta densidad aparente del valor de polvo llenado.

Un objeto todavía adicional de la invención es proporcionar una composición de polvo a base de hierro que permita la producción de piezas compactadas que tengan una alta densidad en verde y que puedan expulsarse desde la matriz mostrando un mínimo de los denominados fenómenos de deslizamiento intermitente.

Ahora se ha encontrado que mediante una selección cuidadosa de lubricantes, se ha obtenido una nueva combinación de lubricación para composiciones en polvo para pulvimetalurgia que potencia no sólo las propiedades del polvo tales como densidad aparente y flujo, sino que también da como resultado una resistencia en verde sorprendentemente alta tras el tratamiento térmico del componente compactado. Además, se impide la segregación de componentes particulados más finos en la composición de polvo a base de hierro puesto que la combinación de lubricación también se usa como agente aglutinante.

Con el fin de obtener una resistencia en verde aún mayor que la que se obtiene directamente tras la etapa de compactación, la pieza compactada de manera preferible se trata térmicamente a una temperatura por encima de los picos de punto de fusión de los componentes en la combinación de lubricación.

Ejemplos de componentes que pueden producirse a partir de composiciones de polvo de hierro o a base de hierro que contienen la nueva combinación de lubricación son casquillos de cojinete principal, casquillos de leva, componentes de distribución variable de válvulas (VVT), guías de válvula, piezas de inserción para asientos de válvula, portador planetario, lóbulos de leva, engranajes, bielas, árbol de levas y ruedas dentadas del cigüeñal. Otros ejemplos son componentes para aplicaciones magnéticas blandas tales como núcleos de rotores o estatores para motores y generadores eléctricos e inductores en bobinas de encendido. Para aplicaciones magnéticas blandas el grafito no se añade normalmente a la composición de polvo metálico y los componentes compactados normalmente no se sinterizan.

Según un aspecto de la invención, se proporciona una composición de polvo metálico que comprende: una composición de polvo de hierro o a base de hierro, y una combinación de lubricación que comprende una sustancia A, una sustancia B y una sustancia C; en la que la sustancia A es una poliolefina, la sustancia B se escoge de un grupo que consiste en amidas de ácidos grasos saturados e insaturados, bisamidas de ácidos grasos saturados e insaturados, alcoholes grasos y glicerol de ácidos grasos saturados y la sustancia C es un oligómero de amida que tiene un peso molecular de entre 500 g/mol y 30000 g/mol; y en la que las cantidades de las respectivas sustancias A, B y C en porcentaje en peso de la composición de polvo de hierro o a base de hierro son: $0,05 \leq A + B < 0,4\%$ en peso, $C \geq 0,3\%$ en peso, $A + B + C \leq 2,0\%$ en peso y la relación entre las sustancias A y B es: $B/A > 0,5$.

Según otro aspecto de la invención, se proporciona un método para producir una composición de polvo metálico que comprende las etapas de: proporcionar una combinación de lubricación según el aspecto anterior de la invención; mezclar la combinación de lubricación con un polvo de hierro o a base de hierro; calentar la mezcla hasta una temperatura por encima del pico de punto de fusión para la sustancia A pero por debajo del pico de punto de fusión para la sustancia C; enfriar la mezcla calentada durante el mezclado con el fin de unir partículas más finas a la superficie de las partículas de polvo de hierro o a base de hierro.

La mezcla puede calentarse hasta una temperatura que también está por encima del pico de punto de fusión de la sustancia B.

Durante el enfriamiento de la mezcla calentada, la sustancia fundida A, y posiblemente la sustancia B, se solidifica. La fusión y posterior solidificación de la sustancia A, y posiblemente de la sustancia B, permite que partículas más finas se unan a las partículas de polvo de hierro o a base de hierro por medio de la combinación de lubricación.

Si la mezcla se calienta hasta por encima del pico de punto de fusión para la sustancia A solamente, y no de la sustancia B, la sustancia B debe tener un punto de fusión superior a la sustancia A. Luego, la sustancia B puede, dependiendo de la elección de la sustancia A, por ejemplo ser una bisamida de ácidos grasos saturados.

Si la mezcla se calienta hasta por encima de los picos de punto de fusión para ambas sustancias A y B, la sustancia B puede tener un punto de fusión que es superior, inferior o igual al de la sustancia A. Luego, la sustancia B puede por ejemplo ser una amida de ácido graso saturado o insaturado, una bisamida de ácidos grasos insaturados, un alcohol graso saturado o un glicerol de ácido graso.

Según aún otro aspecto de la invención, se proporciona un método para producir un componente en verde que tiene resistencia en verde potenciada que comprende las etapas de: proporcionar una composición de polvo metálico según el método del aspecto anterior de la invención; compactar la composición de polvo metálico en una matriz a una temperatura de matriz de entre temperatura ambiental y 100°C a una presión de compactación de 400-1500 MPa para obtener un componente compactado; y expulsar el componente compactado desde la matriz.

Descripción detallada de la invención

A continuación se describirán realizaciones actualmente preferidas de la presente invención. Estas realizaciones no limitan el alcance de la presente invención tal como se define por las reivindicaciones.

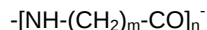
La combinación de lubricación según la invención comprende tres sustancias definidas, A, B y C. La sustancia A es una poliolefina que proporciona propiedades de lubricación durante la compactación y la expulsión del cuerpo compactado y que actúa como agente aglutinante en la composición de polvo metálico. La sustancia B, que también actúa como lubricante y agente aglutinante, es una sustancia orgánica a base de un ácido graso pero que tiene un grupo funcional menos reactivo que el grupo carboxílico del ácido graso frente a la superficie de la pared de la matriz y el polvo de hierro o a base de hierro de la pieza compactada. Además, la combinación de lubricación incluye una sustancia C, que actúa como agente de potenciación de la resistencia en verde, escogida del grupo de oligómeros de amida. La afinidad de la sustancia B a la superficie de la matriz y al polvo de hierro o a base de hierro de la pieza compactada debe ser lo suficientemente alta con el fin de crear una capa de lubricación suficiente sobre la pared de la matriz pero lo suficientemente baja con el fin de no impedir que las otras sustancias, tales como la sustancia C, creen una unión firme entre las partículas de polvo de hierro o a base de hierro individuales del componente en verde tras el tratamiento térmico. Las sustancias A y B pueden tener un punto de fusión por debajo del de la sustancia C.

Preferiblemente, la sustancia A es una cera de polietileno que tiene un peso molecular promedio en peso de 400-10000. Un peso molecular promedio en peso por debajo de 400 puede afectar adversamente a las propiedades del polvo y por encima de 10000 las propiedades de lubricación pueden ser insuficientes. Ejemplos de poliolefinas adecuadas son Polywax™ 655, Polywax™ 1000, Polywax™ 2000 y Polywax™ 3000 todas disponibles de Baker Petrolite. Otros ejemplos son ceras de polietileno de los tipos Fisher-Tropsch, tales como Sasolwax™ C77 y Sasolwax™ C80 obtenidas de Sasol Wax.

La sustancia B podría escogerse del grupo de amidas de ácidos grasos saturados e insaturados tales como amida

de ácido láurico, amida de ácido mirístico, amida de ácido palmítico, amida de ácido esteárico, amida de ácido oleico, amida de ácido araquídico, amida de ácido behénico y amida de ácido erúcico; bisamidas de ácidos grasos saturados tales como etilen-bis-estearamida; bisamidas de ácidos grasos insaturados tales como etilen-bis-oleamida, etilen-bis-erucamida, hexilen-bis-oleamida y hexilen-bis-erucamida; alcoholes grasos saturados tales como alcohol mirístico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol araquidílico y alcohol behenílico; o glicerol de ácidos grasos saturados tales como 1-monoestearato de glicerol y 1,2-diesterato de glicerol; o mezclas de los mismos.

La sustancia C es un oligómero de amida y puede tener un peso molecular promedio en peso de entre 500 y 30000, preferiblemente entre 1000 y 15000 y un pico de punto de fusión de entre 120°C y 200°C. Además, el oligómero de amida puede derivarse de lactamas que contienen la unidad de repetición;



en la que m es un número entero en el intervalo de 5-11 y n es un número entero en el intervalo de 5-50. El oligómero puede derivarse alternativa o adicionalmente de diaminas y ácidos dicarboxílicos y contener la unidad de repetición



en la que k y l son números enteros en el intervalo de 4-12, siendo k + l mayor de 12 y siendo x un número entero en el intervalo de 2-25. Ejemplos de la sustancia C son Orgasol™ 3501 y Orgasol™ 2001 disponibles de Arkema, Francia.

Las relaciones entre las sustancias A, B, y C son según lo siguiente, expresándose las cantidades de las sustancias A, B y C como porcentaje en peso del peso total de la composición de polvo de hierro o a base de hierro;

$$B/A > 0,5$$

$$0,05 \leq A + B < 0,4\%$$

$$C > 0,3\%$$

$$A + B + C \leq 2,0\%$$

Una cantidad de A superior a 0,5*B puede dar como resultado deslizamiento intermitente, cantidades de A + B del 0,4% y superiores y/o una cantidad de C de menos del 0,3% pueden dar como resultado una resistencia en verde empeorada. Cantidades demasiado bajas de A y B pueden dar como resultado propiedades de lubricación y unión insuficientes y cantidades demasiado altas de A + B + C pueden impedir la posibilidad de alcanzar una densidad en verde suficientemente alta.

La combinación de lubricación se añade a la composición de polvo a base de hierro en una cantidad por encima del 0,3% hasta el 2%. Por debajo del 0,3% en peso ni el efecto de lubricación ni el impacto sobre la resistencia en verde es suficiente y por encima del 2% en peso la combinación de lubricación ocupará demasiado volumen impidiendo que se obtenga una alta densidad en verde.

Los polvos de hierro o a base de hierro usados pueden ser cualquier polvo de hierro o a base de hierro siempre que sea compatible con la técnica de prensado y opcionalmente de sinterización. Ejemplos de polvos de hierro son polvos de hierro atomizado por gas, atomizado por agua o esponjoso sin ningún elemento de aleación añadido intencionadamente. Ejemplos de polvos a base de hierro son polvos a base de hierro aleados por difusión o prealeados en los que se añaden elementos de aleación a la masa fundida antes de la atomización o se adhieren a la superficie del polvo de hierro mediante un procedimiento de unión por difusión. También pueden mezclarse elementos de aleación con los polvos de hierro puros o con los polvos a base de hierro aleados por difusión o prealeados.

El tamaño de partícula de los polvos de hierro o a base de hierro puede ser cualquiera siempre que las composiciones a base de hierro sean adecuadas para técnicas de prensado y opcionalmente sinterización convencionales. Como ejemplo, el tamaño de partícula medio de los polvos de hierro o a base de hierro puede ser de entre 50 y 500 µm, 50-150 µm o 150-400 µm.

El grafito se incluye frecuentemente en la composición de polvo de hierro o a base de hierro así como otros elementos de aleación tales como cobre, níquel, molibdeno, vanadio, cromo, niobio, manganeso y fósforo con el fin de obtener una dureza y una resistencia deseadas de la pieza sinterizada. Estos elementos de aleación también pueden prealearse o alearse por difusión.

Pueden incluirse otras sustancias tales como materiales en fase dura, agentes de potenciación de la

mecanizabilidad tales como sulfuro de manganeso, nitruro de boro o similares y agentes de potenciación de la sinterización en la composición de polvo de hierro o a base de hierro.

- 5 Con el fin de potenciar adicionalmente la propiedad de flujo un agente de flujo, tal como un óxido metálico descrito en la solicitud de patente WO99/59753, puede incluirse en y/o añadirse a la composición de polvo de hierro o a base de hierro. El agente de flujo se añade en una cantidad de entre el 0,01 y el 0,1% en peso.

Ejemplos

- 10 Los siguientes ejemplos, que no pretenden ser limitativos, presentan determinadas realizaciones de la invención. A menos que se indique lo contrario, cualquier porcentaje está en base al peso.

Preparación de la composición de polvo a base de hierro

- 15 Se mezcla el polvo a base de hierro o polvo de hierro con las sustancias A, B y C y opcionalmente grafito y/u otros elementos de aleación, materiales en fase dura, agentes de potenciación de la mecanizabilidad y/o agentes de potenciación de la sinterización.

- 20 Durante el mezclado continuo puede elevarse la temperatura por encima del pico de punto de fusión de las sustancias A y B pero por debajo del pico de punto de fusión de la sustancia C seguido por enfriamiento permitiendo que partículas más finas se unan a la superficie de los polvos de hierro o a base de hierro más gruesos. Durante el enfriamiento puede añadirse un agente de potenciación del flujo.

Preparación de la pieza compactada

- 25 Se transfiere la composición de polvo de hierro o a base de hierro a una matriz de compactación y se compacta a una presión de compactación de entre 400 y 1500 MPa. Con el fin de utilizar adicionalmente el efecto de lubricación de la nueva combinación de lubricación puede calentarse la matriz hasta una temperatura de entre 30°C y hasta una temperatura de 100°C, preferiblemente entre 50°C y hasta una temperatura de 90°C. Tras la compactación se expulsa el componente compactado desde la matriz de compactación y se transfiere a un horno de sinterización. En una realización preferida, para mejorar adicionalmente la resistencia en verde, se somete el componente compactado y expulsado a tratamiento térmico, antes de la sinterización, a una temperatura por encima del punto de fusión de la sustancia C, pero por debajo de la temperatura de descomposición de la sustancia C, tal como por debajo de 400°C o preferiblemente por debajo de 325°C, en aire o, más preferiblemente, en una atmósfera inerte tal como nitrógeno. Puede mecanizarse adicionalmente la pieza compactada antes de la sinterización.

- 40 Se prepararon varias composiciones de polvo de hierro usando diversas combinaciones de lubricación añadidas. Como polvo de hierro se usó AHC100.29 disponible de Höganäs AB. Además, se añadieron el 2% de polvo de cobre, Cu-100 disponible de Ecka y el 0,5% de grafito, UF4 disponible de la empresa Kropfmühle, Alemania. Se mezclaron los componentes homogéneamente y aún durante el mezclado se elevó la temperatura de la mezcla hasta aproximadamente 75°C para las composiciones 4, 5 y 6, 110°C para la composición 10, 125°C para la composición 15 y hasta 105°C para las otras composiciones. La tabla 1 siguiente muestra las composiciones de lubricación usadas. Para la composición n.º 11 se añadió el componente B tras la etapa de enfriamiento:

	Sustancia A	Sustancia B					Sustancia C		
N.º de comp.	% de PW655	% de alcohol behenílico	% de amida de ácido esteárico	% de amida de ácido behénico	% de etilen-bis-oleamida	Estearil-erucamida	% de poli(sulfuro de fenileno)	% de amida oligomérica según la invención	% de amida oligomérica fuera del alcance de la invención n < 5
1	0,2						0,6		
2	0,2							0,6	
3	0,2								0,6
4		0,2					0,6		
5		0,2						0,6	
6		0,2							0,6
7	0,1		0,1					0,6	
8	0,2		0,1					0,5	
9	0,2		0,2					0,4	
10	0,2			0,1				0,5	
11	0,2			0,1				0,5	

12	0,1		0,2					0,5	
13	0,15		0,15					0,5	
14	0,1	0,1						0,6	
15	0,1				0,1			0,6	
16	0,1					0,1		0,6	

Tabla 1, sustancias de lubricación utilizadas

Propiedades del polvo

5

Se midió la densidad aparente según la norma ISO 3923-1 y se midió el flujo según la norma ISO-4490.

Resistencia en verde

- 10 Se compactaron las diferentes composiciones para dar especímenes con resistencia a la rotura transversal (TRS) según la norma ISO 3995 a una presión de compactación de 600 MPa a una temperatura de matriz de 60°C para las composiciones 4, 5 y 6 y a 80°C para las otras composiciones.

- 15 Se midió la resistencia en verde según la norma ISO 3995 y se calculó como el valor medio de tres mediciones. Además, también se midió la resistencia en verde para muestras tratadas térmicamente en una atmósfera de nitrógeno a diferentes temperaturas y se calculó como el valor medio de tres mediciones.

Comportamiento de expulsión

- 20 También se compactaron las diferentes composiciones para dar cilindros que tenían un diámetro de 25 mm y una altura de 15 mm a 600 MPa a una temperatura de matriz de 60°C para las composiciones 4, 5 y 6 y a 80°C para las otras composiciones. Durante la expulsión de los componentes compactados se midió la fuerza de expulsión como función de la distancia expulsada y se calculó la energía de expulsión. Se determinó si el fenómeno de deslizamiento intermitente se producía o no a partir de las características de la curva que mostraba la fuerza de expulsión registrada como función de la distancia expulsada.
- 25

La tabla 2 siguiente muestra los resultados de las mediciones.

N.º de comp.	DA [g/cm³]	Flujo [s/50 g]	Densidad en verde [g/cm³]	Resistencia en verde, sin tratamiento térmico [MPa]	Resistencia en verde, tratamiento térmico a 225°C [MPa]	Resistencia en verde, tratamiento térmico a 275°C [MPa]	Resistencia en verde, tratamiento térmico a 325°C [MPa]	Energía de exp. [J/cm²]	Fuerza de exp. [N/mm²]	Comportamiento de exp.	Ejemplo
1	2,99	25,6	6,98	18			32	40	35	Deslizamiento intermitente	Comparativo
2	2,99	27,3	7,05	26	81	94				Deslizamiento intermitente	Comparativo
3	3,16	24,6	7,06	17			24			Deslizamiento intermitente	Comparativo
4	3,34	22,7	6,94	16		15	14	42	24	OK	Comparativo
5	3,25	28,0	7,01	19	46	34	26	41	27	Deslizamiento intermitente	Comparativo
6	3,40	23,3	7,00	16			21			Deslizamiento intermitente	Comparativo
7	3,23	26,0	7,05	21	39	32		48	26	OK	Invencción
8	3,26	25,0	7,05	20	34	29		42	25	Deslizamiento intermitente	Comparativo
9	3,25	24,3	7,04	20	26	26		33	20	OK	Comparativo
10	3,17	26,0						46	26	Deslizamiento intermitente	Comparativo
11	2,97	27,1	7,00	23	37	31		51	26	Deslizamiento intermitente	Comparativo
12	2,97	27,1	7,09	21	30	27		51	26	OK	Invencción
13	3,17	25,3	7,09	21	31	28		45	34	OK	Invencción
14	3,19	25,2	7,06	22	61	59		43	34	OK	Invencción

15	3,08	28,0	7,05	20	68	76		43	35	OK	Inven- ción
16	3,02	26,5	7,07	22	69	74		48	30	Deslizamiento intermitente	Compa- rativo

Tabla 2: resultados de las mediciones de las propiedades del polvo, la densidad en verde, la resistencia en verde y la fuerza, energía y comportamiento de expulsión.

La tabla 2 revela que las composiciones 4, 7, 9, 12, 13, 14 y 15 pudieron compactarse sin la aparición del fenómeno de deslizamiento intermitente, sin embargo las resistencias en verde de los componentes preparados a partir de la composición 4 son demasiado bajas, incluso tras el tratamiento térmico. Las composiciones 7, 12, 13, 14 y 15 proporcionaron resistencias en verde suficientes y se mejoraron adicionalmente las resistencias en verde cuando los componentes se trataron térmicamente. También puede observarse que con el fin de compensar el efecto negativo sobre el comportamiento de expulsión de la sustancia A, tuvo que añadirse la sustancia B en una cantidad de más de 0,5 veces la cantidad de la sustancia A añadida.

Las composiciones que dieron como resultado una resistencia en verde suficiente, es decir las composiciones 7, 12, 13, 14 y 15, se usaron en una segunda prueba en la que se midió el escamado durante la perforación. Se prepararon las composiciones de manera similar a los procedimientos establecidos anteriormente, con la excepción de que se añadió MnS a las composiciones. Como polvo de hierro se usó ASC100.29 disponible de Höganäs AB. Además, se añadió el 2,18% de polvo de cobre, Cu-200 disponible de Ecka, el 0,8% de grafito, UF4 disponible de la empresa Kropfmühle, y el 0,45% de MnS disponible de Höganäs AB. Se usó una mezcla de referencia en la que se añadió como lubricante el 0,45% de Kenolube disponible de Höganäs AB.

Se compactaron piezas de 120 x 30 x 8 mm hasta una densidad de 6,75 g/cm³. Se realizó la prueba de perforación en una cortadora VF2 CNC de Haas en la que se variaron el avance, la velocidad de corte y el ángulo de la punta de perforación. Se trataron las piezas térmicamente a 225°C en atmósfera inerte antes de que se realizara la prueba de perforación. Se perforaron 27 orificios en cada pieza y se analizó el escamado de los orificios así como la resistencia en verde de las piezas tras el tratamiento térmico.

La tabla 3 muestra los resultados de las mediciones.

Tabla 3: Resultados de las mediciones de escamado y resistencia en verde con tratamiento térmico.

Composición	Contenido orgánico total [%]	Contenido de MnS total [%]	Escamado	Resistencia en verde, tratamiento térmico a 225°C [MPa]
7	0,8	-	++	44
7 + MnS	0,45	0,45	+++	44
12 + MnS	0,45	0,45	+++	34
13 + MnS	0,45	0,45	+++	35
14 + MnS	0,45	0,45	+++	69
15 + MnS	0,45	0,45	+++	77
Mezcla de ref. con Kenolube	0,45	0,45	+	18

La tabla 3 muestra que las combinaciones de lubricantes según la presente invención dan como resultado una resistencia en verde con tratamiento térmico superior en comparación con un lubricante convencional como Kenolube. La resistencia en verde con tratamiento térmico superior también dio como resultado menos escamado durante la perforación. La adición de MnS a las composiciones dio como resultado menos escamado en comparación con la no adición de MnS pero no afectó a la resistencia en verde con tratamiento térmico.

REIVINDICACIONES

1. Composición de polvo metálico que comprende:
una composición de polvo de hierro o a base de hierro, y
una combinación de lubricación que comprende una sustancia A, una sustancia B y una sustancia C;
en la que:
la sustancia A es una poliolefina,
la sustancia B se escoge de un grupo que consiste en amidas de ácidos grasos saturados e insaturados, bisamidas de ácidos grasos saturados e insaturados, alcoholes grasos y glicerol de ácidos grasos saturados, y
la sustancia C es un oligómero de amida que tiene un peso molecular de entre 500 g/mol y 30000 g/mol; y
en la que las cantidades de las respectivas sustancias A, B y C en porcentaje en peso de la composición de polvo de hierro o a base de hierro son:
 $0,05 \leq A + B < 0,4\%$ en peso,
 $C \geq 0,3\%$ en peso,
 $A + B + C \leq 2,0\%$ en peso y
la relación entre las sustancias A y B es: $B/A > 0,5$.
2. Composición de polvo metálico según la reivindicación 1, en la que la sustancia B se escoge de un grupo que consiste en amidas de ácidos grasos saturados e insaturados, bisamidas de ácidos grasos insaturados, alcoholes grasos y glicerol de ácidos grasos saturados.
3. Composición de polvo metálico según la reivindicación 1 ó 2, en la que la sustancia A es una poliolefina que tiene un peso molecular promedio en peso de 400 g/mol - 10000 g/mol.
4. Composición de polvo metálico según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que la sustancia B se escoge de un grupo que consiste en las amidas de ácidos grasos saturados e insaturados amida de ácido láurico, amida de ácido mirístico, amida de ácido palmítico, amida de ácido esteárico, amida de ácido oleico, amida de ácido araquídico, amida de ácido behénico y amida de ácido erúrico; las bisamidas de ácidos grasos insaturados etilen-bis-oleamida, etilen-bis-erucamida, hexilen-bis-oleamida y hexilen-bis-erucamida; los alcoholes grasos saturados tales como alcohol mirístico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol araquidílico y alcohol behenílico; y los glicerol de ácidos grasos saturados 1-monoestearato de glicerol y 1,2-diestearato de glicerol.
5. Composición de polvo metálico según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en la que la sustancia C es un oligómero de amida que tiene un peso molecular promedio en peso de entre 1000 g/mol y 15000 g/mol.
6. Método para producir una composición de polvo metálico que comprende las etapas de:
proporcionar una combinación de lubricación según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5;
mezclar la combinación de lubricación con un polvo de hierro o a base de hierro;
calentar la mezcla hasta una temperatura por encima del pico de punto de fusión para la sustancia A pero por debajo del pico de punto de fusión para la sustancia C;
enfriar la mezcla calentada durante el mezclado con el fin de unir partículas más finas a la superficie de las partículas de polvo de hierro o a base de hierro.
7. Método según la reivindicación 6, en el que, en la etapa de calentamiento, la mezcla se calienta hasta una temperatura por encima del pico de punto de fusión de la sustancia B.
8. Método según la reivindicación 6 ó 7, en el que el polvo de hierro o a base de hierro incluye grafito y/u otro elemento de aleación, material en fase dura, agente de potenciación del mecanizado y/o agente de

potenciación de la sinterización.

- 5
9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 6-8, que comprende además añadir un agente de potenciación del flujo durante la etapa de enfriamiento.
- 10
10. Método para producir un componente en verde que tiene resistencia en verde potenciada que comprende las etapas de:
- 10
- proporcionar una composición de polvo metálico producida según el método según una cualquiera de las reivindicaciones 6-9;
- 15
- compactar la composición de polvo metálico en una matriz a una temperatura de matriz de entre temperatura ambiental y 100°C a una presión de compactación de 400-1500 MPa para obtener un componente compactado; y
- 20
- expulsar el componente compactado desde la matriz.
11. Método según la reivindicación 10, que comprende además la etapa de calentar el componente expulsado en aire o en una atmósfera inerte a una temperatura por encima de la temperatura de fusión pero por debajo de la temperatura de descomposición de la sustancia C.
12. Método según la reivindicación 10 u 11, que comprende además la etapa de mecanizar el componente.