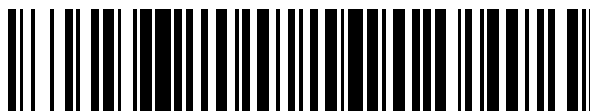


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 141**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.02.2011** **E 11155966 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.10.2014** **EP 2364798**

54 Título: **Polvo granulado y procedimiento para producir polvo granulado**

30 Prioridad:

26.02.2010 JP 2010043027

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

07.01.2015

73 Titular/es:

SEIKO EPSON CORPORATION (100.0%)
4-1, Nishi-Shinjuku 2-chome Shinjuku-ku
Tokyo, JP

72 Inventor/es:

KADOMURA, TAKESHI

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 526 141 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

Polvo granulado y procedimiento para producir polvo granulado

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un polvo granulado y a un procedimiento para producir el mismo.

Técnica relacionada

10 Es conocido como procedimiento para moldear un polvo metálico un procedimiento de moldeo por compresión en el que se rellena con una mezcla de polvo metálico y un aglutinante orgánico un troquel de moldeo dado, seguido de compresión, obteniendo así un cuerpo moldeado con una forma dada. Se somete el cuerpo moldeado obtenido a un tratamiento desengrasante de retirada del aglutinante orgánico y un tratamiento de cocción para sinterizar el
15 polvo metálico, formando así un cuerpo metálico sinterizado. Dicha técnica es una técnica de metalurgia en polvo ejemplar, y puede producirse una gran cantidad de cuerpos metálicos sinterizados de forma complicada según la forma del troquel de moldeo. Por lo tanto, dicha técnica se ha extendido ampliamente a muchos campos industriales.

20 En el procedimiento de moldeo por compresión, en primer lugar es necesario rellenar con un polvo metálico un troquel de moldeo tan estrechamente como sea posible. Es debido a que si hay espacio en el troquel de moldeo, este espacio permanece en el cuerpo moldeado resultante como un agujero, dando como resultado el empeoramiento de la densidad del cuerpo metálico sinterizado al final.

25 Sin embargo, a veces se usa como polvo metálico un polvo fino con un diámetro medio de partícula de 10 μm o menos. Dicho polvo fino tiene una baja fluidez, y por lo tanto, tiene una mala propiedad de relleno en un troquel de moldeo. Por lo tanto, se granula una mezcla de polvo metálico y aglutinante orgánico en partículas que tienen un tamaño de partícula mayor para mejorar la fluidez del mismo. Cuando se granula la mezcla, se unen una pluralidad de partículas en el polvo metálico entre sí por el aglutinante orgánico, formando así un polvo granulado que tiene
30 un mayor tamaño de partícula. El polvo granulado tiene mayor fluidez que el polvo metálico, y por lo tanto tiene una excelente propiedad de relleno en un troquel de moldeo y, por tanto, puede producirse un cuerpo moldeado denso y un cuerpo sinterizado denso.

35 Por ejemplo, el documento JP-A-2005-154847 da a conocer un procedimiento para obtener un cuerpo sinterizado mediante moldeo por compresión de un polvo granulado de un polvo metálico y cocción del cuerpo moldeado resultante a una alta temperatura de 1.200 °C o mayor.

Sin embargo, un horno de cocción que pueda usarse a una temperatura de 1.200 °C o mayor necesita una estructura termorresistente especial, y por lo tanto es caro y tiene también un alto coste operativo.

40 Por otro lado, si la temperatura de cocción se reduce, se reduce la densidad del cuerpo sinterizado resultante, y surge el problema de que el cuerpo sinterizado tiene malas propiedades mecánicas.

45 Por esta razón, existe la necesidad de proporcionar un polvo granulado que se sinterice favorablemente incluso si se cuece a una temperatura relativamente baja y que sea capaz de producir un cuerpo sinterizado con una alta densidad, y de proporcionar un procedimiento para producir un polvo granulado capaz de producir fácilmente dicho polvo granulado.

50 El documento EP 0.659.508 A2 da a conocer procedimientos y equipos para la fabricación de polvos granulados con los que se controla la reacción entre polvos de aleación que contienen tierras raras de tipo R-Fe o de tipo R-Co y aglutinante, se reduce el contenido de oxígeno residual y de carbono de los productos sinterizados después de sinterizar, y con los que es posible obtener polvos granulados isotrópicos o anisotrópicos que tienen buenas propiedades de fluidez y lubricación de polvo cuando se moldean. Después de agitar una suspensión densa de polvos de aleación que contienen tierras raras formados añadiendo un aglutinante consistente en agua y al menos
55 uno de metilcelulosa, poli(acrilamida o poli(alcohol vinílico), y mezclar, se forman gotitas líquidas orientadas aplicando un campo magnético a la suspensión densa para orientar dichas partículas de polvo y pulverizando dentro de la cámara de un aparato secador por pulverización. Al solidificar en seco instantáneamente estos polvos granulados anisotrópicos, es posible fabricar polvos granulados esféricos con buenas propiedades magnéticas y una alta fluidez, con lo que se mejoran las propiedades de fluidez y lubricación de polvo en el momento de moldeo por compresión, así como mejoran el ciclo de moldeo y la precisión dimensional del producto moldeado.

Sumario de la invención

65 Este problema se resuelve mediante la provisión de un polvo granulado que contiene una pluralidad de partículas metálicas unidas entre sí por un aglutinante orgánico, en el que el aglutinante orgánico contiene poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo y un poliol, preferiblemente un glicol, y una amina orgánica o un derivado de la

misma, y la relación de densidad aparente del polvo granulado a densidad real de las partículas metálicas es de 20 a 50 %.

Según esta configuración, puede obtenerse un polvo granulado que se sinteriza favorablemente incluso si se cuece a temperatura relativamente baja y es capaz de producir un cuerpo sinterizado con una alta densidad.

De acuerdo con el aspecto de la invención, el poliol es preferiblemente glicerina.

Entre los polioles, se prefiere glicol, y la glicerina tiene un peso molecular relativamente pequeño y tiene también un alto contenido de grupos hidroxilo, y por lo tanto entra fácilmente entre las moléculas de polietilenglicol. Además, la glicerina contiene un montón de sitios que contribuyen a la formación de enlace de hidrógeno, y por lo tanto contribuye a la densificación del polvo granulado. Adicionalmente, la glicerina tiene una viscosidad moderada, y por lo tanto puede aumentar adicionalmente la propiedad de aglutinación del polvo metálico en el momento de la granulación y la propiedad de retención de forma del cuerpo moldeado.

De acuerdo con el aspecto de la invención, la cantidad de poliol es preferiblemente de 0,01 a 0,2 partes en peso basada en 100 partes en peso de partículas metálicas.

En esta realización preferida, el polvo granulado puede densificarse de manera beneficiosa y, por lo tanto, puede obtenerse un cuerpo sinterizado con una alta densidad. Adicionalmente, esta realización preferida puede evitar la aparición de rebote, que es el resultado de la acumulación de tensión en el cuerpo moldeado durante el moldeo por compresión y la liberación de la tensión acumulada después de terminado el moldeo, acompañado de deformación.

De acuerdo con el aspecto de la invención, el aglutinante orgánico contiene una amina orgánica o derivado de la misma.

La amina orgánica se adsorbe espontáneamente sobre las superficies de las partículas del polvo metálico, reduciendo la fricción interparticular, y acelerando así la densificación del polvo granulado. Además de esto, la amina orgánica adsorbida sobre las superficies de las partículas reduce la posibilidad de contacto entre las partículas y el aire exterior, y por lo tanto puede aumentarse la resistencia a la intemperie de las partículas.

En una realización particularmente preferida, la amina orgánica es preferiblemente al menos una de una alquilamina, una cicloalquilamina, una alcanolamina y un derivado de las mismas.

Estas aminas orgánicas preferidas permiten una aceleración adicional de la densificación de polvo granulado.

La cantidad de amina orgánica es preferiblemente de 0,001 a 5 partes en peso, basada en 100 partes en peso de las partículas metálicas.

Según esta configuración, se potencian adicionalmente la densificación del polvo granulado y la mejora de la resistencia a la intemperie.

En otra realización preferida, el contenido de aglutinante orgánico en el polvo granulado es preferiblemente de 0,1 a 20 % en peso.

En esta realización preferida, puede aumentarse la propiedad de disgregación en el momento del moldeo y la propiedad de retención de forma del cuerpo de moldeo después de moldear. Como resultado, puede obtenerse un cuerpo sinterizado con una alta densidad y una excelente precisión dimensional.

De acuerdo con otro aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para producir un polvo granulado que incluye permitir hacer girar y/o fluir un polvo metálico mientras se suministra una solución de un aglutinante orgánico que contiene poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, un poliol y una amina orgánica o un derivado de la misma, granulando así el polvo metálico.

Según este procedimiento, puede producirse fácilmente un polvo granulado que se sinteriza favorablemente incluso si se cuece a una temperatura relativamente baja y que es capaz de producir un cuerpo sinterizado con una alta densidad.

En el procedimiento de la invención, la solución de aglutinante orgánico se suministra preferiblemente mediante pulverización.

Según esta realización preferida, puesto que se suministra uniformemente la cantidad correcta de solución de aglutinante al polvo granulado, pueden uniformizarse la forma y el tamaño del polvo granulado. Como resultado, puede obtenerse un polvo granulado con una distribución de tamaño de partícula uniforme.

Breve descripción de los dibujos

La invención se describirá con referencia a los dibujos adjuntos, en los que los números iguales hacen referencia a elementos iguales.

Las FIG. 1A y 1B son vistas esquemáticas que muestran la estructura de un granulador de tambor para usar en un procedimiento para producir un polvo granulado según la invención.

La FIG. 2 es una gráfica que muestra la distribución de los cuerpos moldeados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los ejemplos respectivos, representando el eje horizontal la cantidad de adición de glicerina y representando el eje vertical la densidad de moldeo.

Descripción detallada

De aquí en adelante se describirán con detalle el polvo granulado y el procedimiento para producir un polvo granulado según la invención a modo de realizaciones preferidas, con referencia a los dibujos adjuntos. Ni que decir tiene que la invención engloba también combinaciones de las realizaciones preferidas descritas a continuación, y dichas combinaciones representan realizaciones particularmente preferidas de la invención.

El polvo granulado según la invención contiene un polvo metálico y un aglutinante orgánico, y se obtiene aglutinando una pluralidad de partículas metálicas en el polvo metálico por el aglutinante orgánico.

Adicionalmente, el aglutinante orgánico para usar en la invención contiene un poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, un poliol y una amina orgánica o un derivado de la misma. Adicionalmente, la relación de densidad aparente del polvo granulado según la invención a la densidad real del polvo metálico (un material metálico constituyente del polvo metálico) es de 20 a 50 %.

Dicho polvo granulado se sinteriza favorablemente incluso si se cuece a una temperatura relativamente baja y es capaz de producir un cuerpo sinterizado con una alta densidad. Por lo tanto, tiene la ventaja de que puede usarse un horno de cocción que tiene una estructura termorresistente especial, es económico y tiene un bajo coste operativo.

De aquí en adelante se describirá con detalle el polvo granulado según la invención.

Polvo metálico

El polvo metálico no está particularmente limitado, sin embargo, los ejemplos del mismo incluyen Mg, Al, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Y, Zr, Nb, Mo, Pd, Ag, In, Sn, Ta, W, y aleaciones de los mismos.

Entre estos, se usa preferiblemente como polvo metálico un polvo de cualquiera de una variedad de aleaciones basadas en Fe, tales como acero inoxidable, acero para troqueles, acero para herramientas de alta velocidad, acero pobre en carbono, aleación de Fe-Ni y aleación de Fe-Ni-Co. Puesto que dicha aleación basada en Fe tiene una excelentes propiedades mecánicas, un cuerpo sinterizado obtenido usando este polvo de aleación basado en Fe tiene unas excelentes propiedades mecánicas y puede usarse en un amplio intervalo de aplicaciones.

Los ejemplos de acero inoxidable incluyen SUS 304, SUS 316, SUS 317, SUS 329, SUS 410, SUS 430, SUS 440 y SUS 630.

Adicionalmente, el diámetro medio de partícula del polvo metálico es preferiblemente de 1 a 30 μm , más preferiblemente de 3 a 20 μm , aún más preferiblemente de 3 a 10 μm . El polvo metálico que tiene dicho diámetro de partícula es capaz de producir un cuerpo sinterizado suficientemente denso al final, evitando una reducción de la compresibilidad en el momento del moldeo.

A propósito, si el diámetro medio de partícula es menor que el límite inferior anterior, puede ser probable que el polvo metálico agregue y la compresibilidad en el momento del moldeo puede reducirse significativamente. Por otro lado, si el diámetro medio de partícula supera el límite superior anterior, el espacio entre las partículas de polvo puede ser demasiado grande, y la densificación del cuerpo sinterizado obtenido finalmente puede ser insuficiente.

Adicionalmente, la densidad aparente tras vibración del polvo metálico para usar en la invención es, en el caso por ejemplo de un polvo de aleación basado en Fe, preferiblemente de 3,5 g/cm^3 o más, más preferiblemente de 3,8 g/cm^3 o más. Cuando el polvo metálico tiene una alta densidad aparente tras vibración como se describe anteriormente, en el momento de obtener el polvo granulado, la propiedad de relleno interparticular aumenta de manera beneficiosa. Por lo tanto, puede obtenerse un cuerpo sinterizado particularmente denso.

Adicionalmente, el área superficial específica del polvo metálico para usar en la invención no está particularmente limitada, sin embargo es preferiblemente de 0,15 m^2/g o más, más preferiblemente de 0,2 m^2/g o más, aún más preferiblemente de 0,3 m^2/g o más. Cuando el polvo metálico tiene una gran área superficial específica como se describe anteriormente, aumenta la actividad superficial (energía superficial), y por lo tanto puede efectuarse

fácilmente la sinterización incluso si se aplica una menor energía. Por consiguiente, puede conseguirse la sinterización en un tiempo más corto cuando se sinteriza el cuerpo moldeado. Como resultado, el cuerpo sinterizado puede densificarse incluso si el cuerpo moldeado se cuece a una baja temperatura.

Dicho polvo metálico puede producirse, por ejemplo, mediante cualquier procedimiento, sin embargo, puede usarse un polvo metálico producido, por ejemplo, mediante un procedimiento de atomización (un procedimiento de atomización de agua, un procedimiento de atomización de gas, un procedimiento de atomización giratoria de agua a alta velocidad, etc.), un procedimiento de reducción, un procedimiento de carbonilo, un procedimiento de pulverización o similar.

En particular, se usa preferiblemente como polvo metálico un polvo metálico producido mediante un procedimiento de atomización. Mediante el procedimiento de atomización, es posible producir eficazmente un polvo metálico con un diámetro medio de partícula extremadamente pequeño como se describe anteriormente. Adicionalmente, es posible obtener un polvo metálico con un diámetro de partícula uniforme y una pequeña variación del diámetro de partícula. Por consiguiente, al usar dicho polvo metálico, puede evitarse fiablemente generar cavidades de aire en el cuerpo sinterizado, y puede mejorarse la densidad.

Adicionalmente, el polvo metálico producido mediante un procedimiento de atomización tiene una forma esférica relativamente cercana a una verdadera esfera, y por lo tanto tiene una excelente dispersabilidad y fluidez en el aglutinante. Por lo tanto, cuando se rellena con el polvo granulado un troquel de moldeo para efectuar el moldeo, puede aumentarse la propiedad de relleno, y puede obtenerse un cuerpo sinterizado denso al final.

Aglutinante orgánico

Según la invención, como se describe anteriormente, el aglutinante orgánico contiene poli(alcohol vinílico) (PVA) o un derivado de mismo, un poliol y una amina orgánica o un derivado de la misma.

A propósito, en los polvos granulados existentes, no pudo comprobarse una alta densidad aparente. Se considera que esto es debido a que la distancia entre las partículas de un polvo metálico podía no reducirse suficientemente. En particular, cuando el diámetro de partícula del polvo metálico era pequeño, el polvo metálico era voluminoso, y la tendencia anterior era más destacada.

Por otro lado, al usar el aglutinante orgánico anteriormente mencionado, cuando se mezclan el polvo metálico y el aglutinante orgánico y se granula la mezcla resultante formando un polvo granulado, aumenta la propiedad de agregación del polvo metálico, y puede obtenerse un polvo granulado con una alta densidad aparente.

En el polvo granulado así densificado, la distancia entre partículas metálicas se reduce suficientemente, y por lo tanto, en el momento de efectuar el desengrasado y la cocción, se inicia la sinterización a una menor temperatura en menos tiempo. Por lo tanto, puede usarse un horno de cocción que no tiene una estructura termorresistente especial, es relativamente económico y tiene un bajo coste operativo, y puede producirse eficazmente un cuerpo sinterizado con una alta densidad.

Los ejemplos de las razones por las que el polvo granulado según la invención exhibe el efecto anteriormente mencionado incluyen los siguientes puntos.

En primer lugar, el poli(alcohol vinílico) o derivado del mismo y el poliol se mezclan uniformemente independientemente de la relación de mezclado de ambos componentes. Esto es debido a que los grupos hidroxilo de ambas moléculas se atraen entre sí por un enlace de hidrógeno, de modo que se reduce la distancia entre las moléculas. Se considera que, en particular, la molécula de poliol entra entre las moléculas de poli(alcohol vinílico) y contribuye a la reducción de la distancia entre las moléculas de poli(alcohol vinílico). Además, la mezcla anteriormente mencionada que comprende componentes del aglutinante orgánico se descompone rápidamente a una temperatura relativamente baja, y por lo tanto apenas funciona como factor inhibidor para la sinterización. Debido a esto, se considera que el cuerpo moldeado obtenido moldeando el polvo granulado según la invención se sinteriza a menor temperatura en menos tiempo.

Adicionalmente, se considera que el poli(alcohol vinílico) o derivado del mismo y el poliol se atraen también por las partículas de polvo metálico mediante un enlace de hidrógeno. Esto es debido a que está expuesto un grupo hidroxilo sobre la superficie de las partículas del polvo metálico, y por lo tanto se forma un enlace de hidrógeno entre este grupo hidroxilo y el grupo hidroxilo de la molécula de aglutinante orgánico. Como resultado, se considera que se reduce la distancia entre las partículas del polvo metálico, de modo que el polvo granulado se densifica, y también se densifica el cuerpo sinterizado resultante.

Por las razones anteriores, el polvo granulado según la invención se vuelve denso y tiene una alta densidad aparente. Específicamente, la relación de densidad aparente (g/cm^3) del polvo granulado según la invención a densidad real (g/cm^3) del polvo metálico es de 20 a 50 %. Dicho polvo granulado se sinteriza fácilmente incluso si se cuece a una temperatura relativamente baja, y es capaz de producir un cuerpo sinterizado con una alta

densidad. Por lo tanto, tiene la ventaja de que puede usarse un horno de cocción que no tiene una estructura termorresistente especial, es económico y tiene un bajo coste operativo.

Además, puede reducirse la cantidad de plastificante o lubricante que se ha usado en la técnica relacionada para aumentar la densidad de sinterización, o puede dejarse el uso de dicho aditivo. Por lo tanto, mediante la reducción u omisión de dicho aditivo, puede evitarse una reducción de la densidad de sinterización, y puede aumentarse adicionalmente la densidad de sinterización y también reducirse el coste.

A propósito, cuando el polvo granulado se densifica en tal medida que la densidad aparente entre dentro del intervalo anterior, se reduce la relación de contracción en el momento de la sinterización en esa medida. Como resultado, la dimensión del cuerpo sinterizado apenas se desvía del valor diana, y puede aumentarse la precisión dimensional del cuerpo sinterizado. Es decir, según la invención puede obtenerse un cuerpo sinterizado con una alta precisión dimensional.

Como poli(alcohol vinílico) o derivado del mismo, se usa preferiblemente aquel con un peso molecular medio ponderado de aproximadamente 2.000 a 200.000, y se usa más preferiblemente aquel con un peso molecular medio ponderado de aproximadamente 5.000 a 150.000. El poli(alcohol vinílico) con dicho peso molecular medio ponderado es el más adecuado como aglutinante orgánico en términos de viscosidad y descomposición térmica. Es decir, dicho poli(alcohol vinílico) puede conseguir la propiedad aglutinante del polvo metálico en el momento de la granulación y la propiedad disgregante en el momento del moldeo y la propiedad de retención de forma del cuerpo moldeado después de moldear a un alto nivel. Como resultado, al usar el polvo granulado según la invención, puede obtenerse un cuerpo sinterizado con una alta densidad y una excelente precisión dimensional.

A propósito, el derivado de poli(alcohol vinílico) hace referencia al obtenido sustituyendo un átomo de hidrógeno unido a un átomo de carbono por diversos grupos funcionales, y los ejemplos de grupo funcional incluyen un grupo alquilo, un grupo sililo y un grupo acrilato.

Por otro lado, los ejemplos de poliol incluyen etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol, pentanodiol, hexanodiol, heptanodiol, dietilenglicol, dipropilenglicol y glicerina. Estos polioles pueden usarse solos o en combinación de dos o más.

Entre estos, se prefiere la glicerina como poliol para usar en la invención. Entre los polioles, la glicerina tiene un peso molecular relativamente pequeño y tiene también un alto contenido de grupos hidroxilo. Por lo tanto, la glicerina entra fácilmente entre las moléculas de polietilenglicol, y también aumenta los sitios que contribuyen a la formación de enlace de hidrógeno a medida que aumenta el contenido de grupos hidroxilo, y por lo tanto el polvo granulado puede densificarse aún más. Además, la glicerina tiene una viscosidad moderada y, por lo tanto, puede aumentar adicionalmente la propiedad aglutinante del polvo metálico en el momento de la granulación y la propiedad de retención de forma del cuerpo moldeado.

El poliol se añade en una cantidad de preferiblemente 0,01 a 0,2 partes en peso, más preferiblemente de 0,01 a 0,1 partes en peso, basada en 100 partes en peso del polvo metálico. Al añadir el poliol en dicha cantidad de adición, el polvo granulado puede densificarse particularmente.

A propósito, si la cantidad de adición del poliol es menor que el límite inferior anteriormente mencionado, pueden reducirse la densidad del polvo granulado y también la densidad del cuerpo sinterizado. Por otro lado, si la cantidad de adición del poliol supera el límite superior anteriormente mencionado, puede reducirse también la densidad del polvo granulado, y puede aumentar el fenómeno denominado "rebote" en el que se acumula tensión en el cuerpo moldeado durante el moldeo por compresión y se libera la tensión residual después de la terminación del moldeo, acompañado de deformación. Por lo tanto, puede reducirse la precisión dimensional del cuerpo sinterizado o puede aparecer fisuración o similar.

Adicionalmente, se añade el poliol en una cantidad preferiblemente de 0,005 a 2 % en peso, más preferiblemente de 0,01 a 1 % en peso, aún más preferiblemente de 0,02 a 0,05 % en peso, basada en la cantidad de poli(alcohol vinílico) o derivado del mismo. Esta realización preferida permite un mayor grado de densificación del polvo granulado debido a la reducción de la distancia entre las moléculas de poli(alcohol vinílico) por el poliol y la suficiente propiedad de disgregación del polvo granulado en el momento del moldeo.

La amina orgánica o derivado de la misma en el aglutinante orgánico aumenta la fluidez y resistencia a la intemperie del polvo metálico. Esta amina orgánica contiene un grupo amino en cada molécula, y este grupo amino se adsorbe espontáneamente sobre la superficie de las partículas del polvo metálico, y por lo tanto, puede reducirse la fricción interparticular. Como resultado, aumenta la fluidez del polvo metálico y se reduce la distancia entre las partículas. De esta manera, la amina orgánica contribuye beneficiosamente a la densificación del polvo granulado. Además, la amina orgánica adsorbida sobre las superficies de las partículas reduce la posibilidad de contacto entre las partículas y el aire exterior y, por lo tanto, las partículas pueden protegerse de oxígeno, humedad y similares, y se potencia la resistencia a la intemperie de las partículas.

A propósito, la adsorción del grupo amino sobre las superficies de las partículas se considera debida a una interacción entre el par solitario de electrones del grupo amino, que es un grupo polar, y un sitio de adsorción de las superficies de las partículas de polvo metálico.

5 Los ejemplos de amina orgánica o derivados de la misma incluyen alquilaminas, cicloalquilaminas, alcanolaminas, alilaminas, arilaminas, alcoxiaminas y derivados de las mismas. Entre estas, se usan preferiblemente particularmente al menos una de alquilaminas, cicloalquilaminas, alcanolaminas y derivados de las mismas. Estas aminas contribuyen a la densificación adicional del polvo granulado.

10 Los ejemplos de alquilamina incluyen monoalquilaminas tales como n-hexilamina, n-heptilamina, n-octilamina (octilamina normal) y 2-etilhexilamina; dialquilaminas tales como diisobutilamina y trialquilaminas tales como diisopropiletilamina.

15 Los ejemplos de cicloalquilamina incluyen ciclohexilamina y diciticlohexilamina.

Los ejemplos de alcanolamina incluyen monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina, monopropanolamina, dipropanolamina, tripropanolamina, *N,N*-dimetiletanolamina, *N,N*-dietiletanolamina, *N*-aminoetiletanolamina, *N*-metiletanolamina y *N*-metildietanolamina.

20 Adicionalmente, como derivado de dicha amina orgánica, puede usarse, aunque no está particularmente limitado, preferiblemente un nitrito de una amina orgánica, un carboxilato de una amina orgánica, un cromato de amina orgánica, un acetato de amina orgánica o similar.

25 Dicha amina orgánica se añade preferiblemente en una cantidad de 0,001 a 5 partes en peso, más preferiblemente de 0,005 a 1 partes en peso, basada en 100 partes en peso de polvo metálico. Al añadir la amina orgánica en dicha cantidad de adición, puede densificarse adicionalmente el polvo granulado y puede aumentarse adicionalmente la resistencia a la intemperie del polvo granulado.

30 A propósito, el aglutinante orgánico puede contener, por ejemplo, polivinilpirrolidona (PVP), ácido esteárico, etilenbisestearamida, un copolímero de etileno-vinilo, cera de parafina, alginato de sodio, agar, goma arábica, una resina, sacarosa o similares distintos a los componentes anteriormente mencionados.

35 Adicionalmente, puede añadirse según sea necesario al aglutinante orgánico un aditivo tal como un éster de ácido ftálico (tal como DOP, DEP o DBP), un éster de ácido adípico, un éster de ácido trimelítico o un éster de ácido sebáico.

Adicionalmente, puede añadirse como aditivo un antioxidante, un acelerador del desengrasado, un tensioactivo o similar distinto de los componentes anteriormente mencionados.

40 A propósito, el contenido total del poli(alcohol vinílico) o derivado del mismo y el poliol en el aglutinante orgánico es preferiblemente de 80 % en peso o más, más preferiblemente de 90 % en peso o más. Al permitir que el contenido del mismo entre dentro del intervalo anterior, puede obtenerse un polvo granulado con una densidad suficientemente alta.

45 Polvo granulado

El polvo granulado según la invención contiene el polvo metálico y aglutinante orgánico anteriormente mencionados. El contenido de aglutinante orgánico en el polvo granulado es preferiblemente de 0,1 a 20 % en peso, más preferiblemente de 0,3 a 3 % en peso, aún más preferiblemente de 0,5 a 2,5 % en peso. Al permitir que el contenido de aglutinante orgánico entre dentro del intervalo anterior, puede conseguirse la aglutinación entre las partículas de polvo metálico y una suficiente densificación del polvo granulado. Adicionalmente, al usar dicho polvo granulado, puede aumentarse la propiedad disgregante en el momento del moldeo y la propiedad de retención de forma del cuerpo moldeado después del moldeo. Como resultado, puede obtenerse un cuerpo sinterizado con una alta densidad y excelente precisión dimensional.

55 En el polvo granulado según la invención como se describe anteriormente, la relación de densidad aparente del polvo granulado a densidad real del polvo metálico es de 20 a 50 %. La densidad aparente del polvo granulado hace referencia a la relación de masa a volumen del polvo granulado en un estado en el que el polvo se rellena naturalmente, y puede determinarse según el procedimiento de ensayo para la densidad aparente de polvos metálicos especificado en la norma JIS Z 2504. Por otro lado, la densidad real del polvo metálico hace referencia a la densidad real del material metálico constituyente del polvo metálico.

60 Al usar el aglutinante orgánico como se describe anteriormente, se consigue la densificación del polvo granulado, y puede obtenerse un polvo granulado en el que la relación de densidad aparente a densidad real del polvo metálico entre dentro del intervalo anterior. Dicho polvo granulado es capaz de formar un cuerpo moldeado con una alta densidad de moldeo cuando se moldea, y también es capaz de formar un cuerpo sinterizado con una alta densidad

de sinterización. Adicionalmente, puede reducirse la relación de contracción en el momento de la sinterización y, por lo tanto, puede aumentarse la precisión dimensional del cuerpo sinterizado.

La relación de densidad aparente del polvo granulado según la invención a densidad real del polvo metálico está en el intervalo anterior, sin embargo, es preferiblemente de 25 a 45 %, más preferiblemente de 30 a 40 %.

Si la relación de densidad aparente es menor que el límite inferior anterior, la densificación del polvo granulado es insuficiente y la propiedad de sinterización a baja temperatura se reduce significativamente. Por otro lado, si la relación de densidad aparente supera el límite superior anterior, el polvo granulado se densifica excesivamente y no puede obtenerse una propiedad disgregante moderada en el momento del moldeo, y por lo tanto se reduce la propiedad de retención de forma del cuerpo moldeado.

Adicionalmente, la forma de cada partícula del polvo granulado según la invención afecta en gran medida a la fluidez y la propiedad de relleno. Desde este punto de vista, la forma de cada partícula del polvo granulado es preferiblemente una forma cercana a una verdadera esfera.

Procedimiento para producir partículas granuladas

Posteriormente, se describirá una realización del procedimiento para producir un polvo granulado según la invención.

De aquí en adelante, antes de la descripción del procedimiento para producir un polvo granulado, se describirá un granulador para usar en este procedimiento de producción.

Las FIG. 1A y 1B son vistas esquemáticas que muestran la estructura de un granulador de tambor para usar en el procedimiento para producir un polvo granulado según la invención: la FIG. 1A es una vista de sección transversal vertical del granulador de tambor, y la FIG. 1B es una vista de sección transversal tomada a lo largo de la línea A-A de la FIG. 1A.

Se proporciona un granulador de tambor 1 con un recipiente de tratamiento 10 para efectuar la granulación, una hélice 20 y un husillo transversal 30 instalado en el recipiente de tratamiento 10, y una tobera de pulverización 40.

Como se muestra en la FIG. 1A, el recipiente de tratamiento 10 tiene una porción inferior 11 y una porción de pared lateral 12 proporcionada verticalmente a la porción inferior 11. La porción de pared lateral 12 tiene una forma cónica (por ejemplo, una forma de tubo cónico circular truncado) en que los diámetros interno y externo aumentan gradualmente de arriba a abajo. Puesto que el recipiente de tratamiento 10 (porción de pared lateral 12) tiene dicha forma, puede formarse una corriente de aire en el recipiente de tratamiento 10 de tal modo que un polvo soplado por la hélice 20 en la periferia externa del recipiente de tratamiento 10 caiga en el centro del recipiente de tratamiento 10. Como resultado, el polvo puede tratarse uniformemente y, por lo tanto, puede producirse eficazmente una distribución estrecha de tamaño de partícula.

Adicionalmente, el recipiente de tratamiento 10 tiene una abertura en la parte superior, y está unida a la misma una tapa 13 para cerrar la abertura.

La hélice 20 tiene una porción de base 23 y tres paletas rotatorias 21, que están fijadas en la porción de base 23 en un extremo de la misma y están dispuestas radialmente a intervalos aproximadamente iguales.

Adicionalmente, en el centro de la porción inferior 11 del recipiente de tratamiento 10, se proporciona un orificio pasante 110 y se inserta un árbol motor giratorio 22 en este orificio pasante 110.

Se fija el extremo superior del árbol motor giratorio 22 en la porción de base 23 y se conecta el extremo inferior del mismo con una fuente de potencia giratoria (no mostrada). Se acciona entonces giratoriamente el árbol motor giratorio 22 en las direcciones directa/inversa por esta fuente de potencia giratoria, girando así la hélice 20.

Adicionalmente, se fija cada una de las paletas giratorias 21 inclinada con respecto al árbol motor giratorio 22 de tal modo que se incline hacia abajo hacia el lado delantero en la dirección de giro de la hélice 20. Según esta configuración, a medida que gira la hélice 20, el polvo puede levantarse eficazmente y puede formarse una corriente de aire como se describe anteriormente.

En la porción de pared lateral 12 del recipiente de tratamiento 10, se proporciona un orificio pasante 130, y se inserta un árbol motor giratorio 31 en este orificio pasante 130.

Se fija un extremo del árbol motor giratorio 31 al husillo transversal 30, y se conecta el otro extremo del mismo con una fuente de potencia giratoria (no mostrada). Se acciona entonces el árbol motor giratorio 31 giratoriamente en las direcciones directa/inversa por esta fuente de potencia giratoria, girando así el husillo transversal 30.

Se proporciona la tobera de pulverización 40 de tal modo que atraviese la tapa 13 unida al recipiente de tratamiento 10, y se localiza un puerto de suministro en el recipiente de tratamiento 10. Según esta configuración, puede pulverizarse un disolvente en el recipiente de tratamiento 10. Al pulverizar un disolvente por la tobera de pulverización 40, se forma una corriente de aire descendente en la cercanía de la tobera de pulverización 40.

Se describirá aquí la operación del granulador de tambor 1 como se describe anteriormente, es decir, el procedimiento para producir un polvo granulado usando el granulador de tambor 1 es un ejemplo del procedimiento para producir un polvo granulado según la invención, y resulta evidente que el procedimiento para producir un polvo granulado según la invención no está limitado al mismo.

A continuación, se describirá el procedimiento para producir un polvo granulado.

El procedimiento para producir un polvo granulado según esta realización incluye permitir hacer girar y/o fluir un polvo metálico mientras se suministra una solución de un aglutinante orgánico (una solución aglutinante), granulando así el polvo metálico.

En primer lugar, se alimenta un polvo metálico al interior del recipiente de tratamiento 10 del granulador de tambor 1 como se describe anteriormente. Entonces, agitando el polvo metálico con la hélice 20, se deja girar y/o fluir el polvo metálico.

Al mismo tiempo que esto, se pulveriza la solución aglutinante por la tobera de pulverización 40. La solución aglutinante en forma de niebla humedece el polvo metálico y aglutina también las partículas del polvo metálico. Como resultado, se granula el polvo metálico, con lo que se obtiene un polvo granulado 80. Este polvo granulado 80 se mueve (se hace girar) gradualmente hacia la periferia externa (hacia la porción de pared lateral 12) del recipiente de tratamiento 10 a medida que gira la hélice 20, y también se levanta por encima de las paletas giratorias 21. El polvo granulado 80 levantado cae en el centro del recipiente de tratamiento 10 y se deja hacer girar de nuevo por la hélice 20. Cuando se repiten una serie de procesos como se describen anteriormente, se conforma apropiadamente el polvo granulado, con lo que se forma el polvo granulado 80 con una forma cercana a una verdadera esfera. Por consiguiente, puede obtenerse un polvo granulado denso en el que la distancia entre las partículas es corta.

Adicionalmente, en dicho proceso de granulación, cuando las partículas entran en contacto durante la granulación con el husillo transversal 30 giratorio, se trituran las partículas que tienen un gran diámetro de partícula (partículas en las que el grado de progresión de la granulación es alto). Al hacer esto, se evita una granulación excesiva, y se controla que la distribución de tamaño del polvo granulado sea estrecha.

A propósito, la solución aglutinante puede suministrarse mediante cualquier procedimiento, por ejemplo, disponiendo la solución aglutinante en el recipiente de tratamiento 10 por adelantado, etc., sin embargo, se prefiere pulverizar la solución aglutinante desde arriba como se muestra en la FIG. 1A. Al hacer esto, se suministra la cantidad correcta de solución aglutinante uniformemente al polvo granulado 80 levantado por la hélice 20 y, por lo tanto, pueden uniformizarse el tamaño y la forma del polvo granulado 80. En particular, al permitir que el polvo granulado 80 entre en contacto con la solución aglutinante mientras flota en el aire, se humedece uniformemente toda la superficie de las partículas del polvo granulado 80, y por lo tanto, la uniformidad se vuelve más destacada. Como resultado, puede obtenerse un polvo granulado 80 con una distribución uniforme de tamaño de partícula.

Los ejemplos de disolvente para usar en la solución aglutinante incluyen disolventes inorgánicos tales como agua, disulfuro de carbono y tetracloruro de carbono; y disolventes orgánicos incluyendo disolventes basados en cetona tales como metilacetona (MEK), acetona, dietilcetona, metilisobutilcetona (MIBK), metilisopropilcetona (MIPK), ciclohexanona, 3-heptanona y 4-heptanona; disolventes basados en alcohol tales como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, *tert*-butanol, 3-metil-1-butanol, 1-pentanol, 2-pentanol, n-hexanol, ciclohexanol, 1-heptanol, 1-octanol, 2-octanol, 2-metoxietanol, alcohol alílico, alcohol furfurílico y fenol; disolventes basados en éter tales como dietiléter, dipropiléter, diisopropiléter, dibutiléter, 1,2-dimetoxietano (DME), 1,4-dioxano, tetrahidrofurano (THF), tetrahidropirano (THP), anisol, dietilenglicoldimetiléter (diglima) y 2-metoxietanol; disolventes basados en Cellosolve tales como Cellosolve de metilo, Cellosolve de etilo y Cellosolve de fenilo; disolventes alifáticos basados en hidrocarburos tales como hexano, pentano, heptano, ciclohexano, metilciclohexano, octano, didecano, metilciclohexano e isopreno; disolventes basados en hidrocarburos aromáticos tales como tolueno, xileno, benceno, etilbenceno y naftaleno; disolventes basados en compuestos heterocíclicos aromáticos tales como piridina, pirazina, furano, pirrol, tiofeno, 2-metilpiridina, 3-metilpiridina, 4-metilpiridina y alcohol furfurílico; disolventes basados en amida tales como *N,N*-dimetilformamida (DMF) y *N,N*-dimetilacetamida (DMA); disolventes basados en compuestos halogenados tales como diclorometano, cloroformo, 1,2-dicloroetano, tricloroetileno y clorobenceno; disolventes basados en éster tales como acetilacetona, acetato de etilo, acetato de metilo, acetato de isopropilo, acetato de isobutilo, acetato de isopentilo, cloroacetato de etilo, cloroacetato de butilo, cloroacetato de isobutilo, formiato de etilo, formiato de isobutilo, acrilato de etilo, metacrilato de metilo y benzoato de etilo; disolventes basados en amina tales como trimetilamina, hexilamina, trietilamina y anilina; disolventes basados en nitrilo tales como acrilonitrilo y acetonitrilo; disolventes basados en nitro tales como nitrometano y

nitroetano y disolventes basados en aldehído tales como acetaldehído, propionaldehído, butiraldehído, pentanal y acrilaldehído. Estos pueden usarse solos o en mezcla de dos o más.

A propósito, el número de rotaciones por unidad de tiempo (designado simplemente de aquí en adelante como “velocidad de rotación”) de la hélice 20 no está particularmente limitado, siempre que pueda asegurar al menos el hacer girar el polvo granulado 80, sin embargo, por ejemplo es preferiblemente de aproximadamente 50 a 500 rpm, más preferiblemente de aproximadamente 100 a 300 rpm. Si la velocidad de rotación de la hélice 20 entra dentro del intervalo anterior, puede permitir hacer girar eficazmente el polvo granulado 80 y puede efectuarse eficazmente la granulación. Adicionalmente, se obtiene un estado moderadamente consolidado y, por lo tanto, puede obtenerse un polvo granulado con una mayor densidad aparente. Como resultado, puede obtenerse un polvo granulado 80 que es más denso y tiene una distribución de tamaño de partícula particularmente estrecha.

Por otro lado, si la velocidad de rotación de la hélice 20 es menor que el límite inferior anterior, el giro o levantamiento del polvo granulado 80 puede ser insuficiente, lo que puede causar una granulación desigual. Adicionalmente, la consolidación puede ser insuficiente y puede formarse un polvo granulado 80 con una baja densidad aparente, y puede formarse también un polvo granulado 80 que no tiene forma esférica sino forma irregular con baja fluidez. Por otro lado, si la velocidad de rotación de la hélice 20 supera el límite superior anterior, pueden triturarse las partículas granuladas más de lo necesario por la hélice 20, y puede aumentar un polvo cuya granulación no continúa.

Adicionalmente, el número de rotaciones por unidad de tiempo del husillo transversal 30 en el momento de la granulación no está particularmente limitado, sin embargo, es preferiblemente de aproximadamente 50 a 3.500 rpm, más preferiblemente de aproximadamente 100 a 3.000 rpm. Según esta configuración, las partículas que tienen un gran diámetro de partícula pueden triturarse al evitarse una trituración excesiva de las partículas, de modo que el diámetro de partícula pueda uniformizarse.

Adicionalmente, la tasa de suministro de la solución aglutinante no está particularmente limitada, sin embargo, se prefiere por ejemplo de 20 a 1000 g/min, más preferiblemente de 30 a 800 g/min, aún más preferiblemente de 50 a 600 g/min. Cuando la tasa de suministro de la solución aglutinante entra dentro del intervalo anterior, se efectúa uniformemente la aglutinación (granulación) del polvo metálico por la solución aglutinante y la distribución del tamaño de partícula de polvo granulado resultante puede hacerse más estrecha.

Sin embargo, si la tasa de suministro de la solución aglutinante es menor que el límite inferior anterior, puede causar una granulación desigual. Por otro lado, si la tasa de suministro de la solución aglutinante supera el límite superior anterior, la granulación puede desarrollarse excesivamente. Como resultado, el polvo granulado resultante puede tener una distribución amplia de tamaño de partícula.

Adicionalmente, la concentración del aglutinante orgánico en la solución aglutinante es preferiblemente de 0,5 a 20 % en peso, más preferiblemente de 1 a 15 % en peso, aún más preferiblemente de 2 a 10 % en peso.

A propósito, el tiempo de tratamiento (tiempo de agitación) para la granulación no está particularmente limitado, sin embargo, es preferiblemente de 1 a 90 minutos, más preferiblemente de 2 a 85 minutos, aún más preferiblemente de 3 a 80 minutos. Según esta configuración, puede evitarse que permanezca polvo metálico no granulado, y la distribución del tamaño de partícula del polvo granulado resultante puede hacerse suficientemente estrecha.

Sin embargo, si el tiempo de tratamiento para la granulación es menor que el límite inferior anterior, puede permanecer una cantidad relativamente grande de polvo con un diámetro de partícula pequeño (polvo metálico no granulado, etc.). Por otro lado, si el tiempo de tratamiento para la granulación supera el límite superior anterior, puede aplicarse directamente un disolvente a un polvo con un diámetro de partícula relativamente grande (un grumo de polvo que no gira ni fluye) causando una granulación desigual.

Adicionalmente, puede pulverizarse (suministrarse) un disolvente que puede disolver el aglutinante orgánico al polvo granulado según sea necesario. Según esta configuración, puede formarse un polvo granulado con una forma y tamaño más uniformes.

El polvo granulado puede formarse como se describe anteriormente.

A propósito, se describe anteriormente una técnica común a un procedimiento de granulación por tambor, un procedimiento de granulación en lecho fluidificado y un procedimiento de granulación en lecho fluidificado en tambor, que son ejemplos del procedimiento de granulación, sin embargo, el procedimiento de granulación no está limitado a estos, y puede usarse también un procedimiento de secado por pulverización o similar.

Adicionalmente, el uso del polvo granulado según la invención no está particularmente limitado, sin embargo, puede usarse preferiblemente, por ejemplo, en la producción de un cuerpo moldeado que contiene el polvo granulado, particularmente la producción de un cuerpo sinterizado obtenido sinterizando el cuerpo moldeado que contiene el polvo granulado.

Procedimiento para producir un cuerpo sinterizado

De aquí en adelante, se describirá un ejemplo del procedimiento para producir un cuerpo sinterizado.

Moldeo

En primer lugar, se moldea el polvo granulado según la invención como se describe anteriormente usando una máquina de moldeo a presión, con lo que se produce un cuerpo moldeado que tiene la forma y dimensión deseadas. El polvo granulado según la invención mismo es denso y tiene una alta propiedad de relleno. Por lo tanto, puede producirse un cuerpo moldeado con una alta densidad, y puede obtenerse al final un cuerpo sinterizado con una alta densidad y una baja relación de contracción.

A propósito, la forma y dimensión del cuerpo moldeado para producir se determinan a la espera de la contracción debida a los posteriores tratamientos de desengrasado y sinterización. Adicionalmente, el procedimiento de moldeo no está limitado a moldeo a presión, y pueden emplearse moldeo por compresión, moldeo por inyección o similares.

Tratamiento de desengrasado

El cuerpo moldeado obtenido en el paso de moldeo anteriormente mencionado se somete a un tratamiento de desengrasado (tratamiento de retirada de aglutinante), con lo que se obtiene un cuerpo desengrasado. El tratamiento desengrasante no está particularmente limitado, sin embargo, puede efectuarse mediante un tratamiento térmico en una atmósfera no oxidativa, por ejemplo a vacío o a presión reducida (por ejemplo, 13,3 a $13,3 \times 10^{-5}$ Pa) o en un gas tal como nitrógeno, argón, hidrógeno o amoníaco disociado. En este caso, las condiciones del tratamiento térmico varían ligeramente, dependiendo de la temperatura de inicio de la descomposición del aglutinante orgánico o similar, sin embargo, el tratamiento térmico se efectúa preferiblemente a una temperatura de aproximadamente 100 a 750 °C durante aproximadamente 0,5 a 40 horas, más preferiblemente se efectúa a una temperatura de aproximadamente 150 a 700 °C durante aproximadamente 1 a 24 horas.

Adicionalmente, el desengrasado por dicho tratamiento térmico puede efectuarse dividiendo en una pluralidad de pasos (etapas) con diversos fines (por ejemplo, con el fin de reducir el tiempo de desengrasado, etc.). En este caso, pueden usarse por ejemplo un procedimiento en que el desengrasado se efectúa a baja temperatura en la mitad anterior y a alta temperatura en la mitad posterior, un procedimiento en que se repiten alternadamente el desengrasado a baja temperatura y el desengrasado a alta temperatura, o similar.

A propósito, no es necesario retirar completamente el aglutinante orgánico por el tratamiento de desengrasado y, por ejemplo, una parte del mismo puede permanecer en el momento de la terminación del tratamiento de desengrasado.

Cocción

Se cuece el cuerpo desengrasado obtenido en el tratamiento desengrasante anteriormente mencionado en un horno de cocción para efectuar la sinterización, con lo que se obtiene un cuerpo sinterizado deseado. Mediante esta cocción, se dispersa el polvo metálico constituyente del polvo granulado causando el crecimiento de grano, y puede obtenerse un cuerpo sinterizado que es denso en conjunto, en otras palabras, tiene una alta densidad y una baja porosidad.

La temperatura de cocción en el momento de la cocción varía ligeramente dependiendo de la composición del polvo granulado o similar, sin embargo, por ejemplo en el caso de usar un polvo de aleación basado en Fe, la temperatura de cocción es preferiblemente de 900 °C o más, pero menor de 1.200 °C, más preferiblemente de 1.000 a 1.180 °C. Cuando la temperatura de cocción entra dentro del intervalo anterior, puede producirse eficazmente un cuerpo sinterizado usando un horno de cocción que no tiene una estructura termorresistente especial, es relativamente económico y tiene bajo coste operativo. A propósito, si la temperatura de cocción es menor que el límite inferior anterior, la sinterización del polvo metálico no se desarrolla suficientemente, y puede aumentar la porosidad del cuerpo sinterizado obtenido finalmente, y por lo tanto, puede no obtenerse una suficiente resistencia mecánica. Por otro lado, si la temperatura de cocción supera el límite superior anterior, es necesario un horno de cocción que tiene una estructura termorresistente especial, y por lo tanto, se reduce la facilidad de cocción.

Adicionalmente, el tiempo de mantenimiento de la temperatura máxima durante la cocción es preferiblemente de 0,5 a 8 horas, más preferiblemente de 0,75 a 5 horas.

Adicionalmente, la atmósfera de cocción no está particularmente limitada, sin embargo, se prefiere una atmósfera de presión reducida (vacío) o atmósfera no oxidativa. Según esta configuración, puede evitarse el empeoramiento

de las propiedades debido a la oxidación del metal. Es una atmósfera de cocción preferida una atmósfera a presión reducida (vacío) a 133 Pa o menos (más preferiblemente a $1,33 \times 10^{-4}$ Pa), una atmósfera de gas inerte de nitrógeno, argón o similar a 133 a 101.324 Pa o una atmósfera de gas hidrógeno a 133 a 101.324 Pa.

5 La atmósfera de cocción puede cambiarse en el curso de la cocción. Por ejemplo, la atmósfera de cocción inicial se fija a una presión reducida (vacío) a $1,33 \times 10^{-4}$ Pa, que puede cambiarse a una atmósfera de gas inerte como se describe anteriormente en el curso de la cocción.

10 Adicionalmente, puede efectuarse la cocción en dos o más etapas. Por ejemplo, pueden efectuarse una primera cocción y una segunda cocción, en que las condiciones de cocción son diferentes de tal modo que la temperatura de cocción en la segunda cocción se fija para ser mayor que la de la primera cocción.

15 A propósito, el cuerpo sinterizado así obtenido puede usarse con cualquier fin, y como uso del mismo, pueden ejemplificarse diversas piezas de máquina y similares.

20 La densidad relativa del cuerpo sinterizado así obtenido varía dependiendo del uso del mismo o similar, sin embargo, por ejemplo se espera que sea de más de 93 %, preferiblemente de 94 % o más. Dicho cuerpo sinterizado tiene unas propiedades mecánicas particularmente excelentes. Adicionalmente, al usar el polvo granulado según la invención, incluso si se cuece a baja temperatura, puede producirse eficazmente dicho cuerpo sinterizado con unas excelentes propiedades mecánicas.

Anteriormente en la presente memoria, la invención se describe basándose en realizaciones preferidas, sin embargo, la invención no está limitada a estas.

25 Por ejemplo, en el procedimiento para producir un polvo granulado, puede añadirse si es necesario un paso adicional.

30 Adicionalmente, el dispositivo para usar en el procedimiento para producir un polvo granulado según la invención no está limitado al descrito en la realización anterior. Por ejemplo, en la realización anterior, se describe el caso en que se usa un granulador de tambor, sin embargo, puede usarse un granulador de lecho fluidificado, que efectúa la granulación por acción fluidificante, un granulador de lecho fluidificado en tambor, que efectúa la granulación por acción de giro y fluidificación, un aparato de secado por pulverización que efectúa el secado por pulverización, o similar.

35 Ejemplos

1. Producción de polvo granulado

Ejemplo 1

40 1) En primer lugar, se preparó como polvo material de partida un polvo de aleación de 2 % de Ni-Fe (densidad real: $7,827 \text{ g/cm}^3$, fabricado por Epson Atmix Corporation) con un diámetro medio de partícula de $6 \mu\text{m}$, producido mediante un procedimiento de atomización de agua. A propósito, la composición de 2 % de Ni-Fe es como sigue: C: 0,4 a 0,6 % en masa, Si: 0,35 % en masa o menos, Mn: 0,8 % en masa o menos, P: 0,03 % en masa o menos, S: 0,045 % en masa o menos, Ni: 1,5 a 2,5 % en masa, Cr: 0,2 % en masa o menos y Fe: resto.

50 2) Por otro lado, se prepararon como aglutinante orgánico poli(alcohol vinílico) (RS-1717, fabricado por Kuraray Co., Ltd.), glicerina (fabricada por Wako Pure Chemical Industries) y un derivado de alquilamina (acetato). Adicionalmente, se preparó como disolvente agua con intercambio iónico. A propósito, la cantidad de adición del disolvente se fijó en 50 g por g de aglutinante orgánico. Adicionalmente, el grado de saponificación del poli(alcohol vinílico) era de 93 y el grado de polimerización del mismo era de 1.700.

55 Posteriormente, se mezclaron poli(alcohol vinílico), glicerina y la amina orgánica en agua con intercambio iónico, y se enfrió la mezcla resultante a temperatura ambiente, con lo que se preparó una solución aglutinante. A propósito, se fijaron las cantidades de adición de poli(alcohol vinílico), glicerina y derivados de alquilamina en 0,8 partes en peso, 0,01 partes en peso y 0,1 partes en peso, basadas en 100 partes en peso del polvo metálico, respectivamente.

60 3) Posteriormente, se dispuso el polvo material de partida en un recipiente de tratamiento de un granulador de tambor (VG-25, fabricado por Powrex Corporation). Se dejó entonces hacer girar el polvo material de partida en las siguientes condiciones mientras se pulverizaba la solución aglutinante de una tobera de pulverización del granulador de tambor. Al hacer esto, se obtuvo un polvo granulado con un diámetro medio de partícula de $75 \mu\text{m}$.

Condiciones de giro

65 Velocidad de rotación de la hélice: 200 rpm

Velocidad de rotación del husillo transversal: 2500 rpm

Tasa de suministro de solución aglutinante: 200 g/min
Tiempo de granulación: 90 min

Ejemplos 2 a 9

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se cambió la cantidad de adición de glicerina como se muestra en la Tabla 1, respectivamente.

Ejemplos 10 a 15

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 3, excepto porque se cambió la cantidad de adición de amina orgánica como se muestra en la Tabla 1, respectivamente.

Ejemplos 16 a 21

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 3, excepto porque se cambió la cantidad de adición de poli(alcohol vinílico) como se muestra en la Tabla 2, respectivamente.

Ejemplo 22

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo 3, excepto porque se omitió la adición de amina orgánica.

Ejemplos 23 a 26

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto por que se cambió la composición y la cantidad de adición de poliol o la composición y la cantidad de adición de la amina orgánica como se muestra en la Tabla 2, respectivamente.

Ejemplos 27 y 28

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 22 y el ejemplo 3, respectivamente, excepto porque se cambió la composición del polvo metálico a SUS-316L (densidad real: 7,98 g/cm³).

Ejemplos comparativos 1 a 3

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se preparó el aglutinante orgánico usando solo poli(alcohol vinílico) (se omitieron la adición de glicerina y derivado de alquilamina) y se cambió la cantidad de adición del mismo como se muestra en la Tabla 2, respectivamente.

Ejemplo comparativo 4

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1, excepto porque se usó polivinilpirrolidona en lugar de poli(alcohol vinílico).

Ejemplo comparativo 5

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo comparativo 4, excepto porque se añadieron adicionalmente glicerina y derivado de alquilamina al aglutinante orgánico.

Ejemplo comparativo 6

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo 28, excepto porque se preparó el aglutinante orgánico usando solo poli(alcohol vinílico) (se omitieron la adición de glicerina y derivado de alquilamina).

2. Evaluación del polvo granulado

2.1 Evaluación de la densidad aparente

Se midió la densidad aparente de cada uno de los polvos granulados obtenidos en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos. Se calculó entonces la relación de la misma a la densidad real de cada polvo metálico.

2.2 Evaluación de la densidad de moldeo

Se moldeó cada uno de los polvos granulados obtenidos en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos en las siguientes condiciones de moldeo.

Condiciones de moldeo
 Procedimiento de moldeo: procedimiento de moldeo a presión
 Forma de moldeo: cubo con un lado de 20 mm
 Presión de moldeo: 600 MPa (6 t/cm²)

Posteriormente, se midieron la dimensión y peso del cuerpo moldeado obtenido, y se calculó la densidad de moldeo a partir de las medidas.

2.3 Evaluación de la densidad de sinterización

Posteriormente, se desengrasó el cuerpo de moldeo obtenido en las siguientes condiciones de desengrasado.

Condiciones de desengrasado
 Temperatura de desengrasado: 6000 °C
 Tiempo de desengrasado: 1 hora
 Atmósfera de desengrasado: atmósfera de gas hidrógeno.

Posteriormente, se coció el cuerpo desengrasado obtenido en las siguientes condiciones de cocción, con lo que se obtuvo un cuerpo sinterizado.

Condiciones de cocción
 Temperatura de cocción: 1.500 °C
 Tiempo de cocción: 3 horas
 Atmósfera de cocción: atmósfera de Ar a presión reducida
 Presión atmosférica: 1,3 kPa (10 Torr).

Posteriormente, se midió la densidad del cuerpo sinterizado obtenido mediante un procedimiento según el procedimiento de Arquímedes especificado en la norma JIS Z 2501. Adicionalmente, se calculó la densidad relativa del cuerpo sinterizado a partir de la densidad de sinterización medida y la densidad real del polvo metálico.

2.4 Evaluación de la precisión dimensional

Posteriormente, se midió la dimensión de anchura del cuerpo sinterizado usando un micrómetro. Se efectuó entonces la evaluación para las medidas según los siguientes criterios de evaluación basados en las "Desviaciones permisibles en anchuras sin tolerancia" especificadas en la norma JIS B 0411 (Desviaciones permisibles en dimensiones sin tolerancia, indicación para productos metálicos sinterizados).

A propósito, la anchura del cuerpo sinterizado hace referencia a la dimensión en la dirección ortogonal a la dirección de compresión en el momento de moldeo a presión.

Criterios de evaluación
 A: La calificación es buena (tolerancia de $\pm 0,1$ mm o menos)
 B: La calificación es media (la tolerancia supera $\pm 0,1$ mm pero es de 0,2 mm o menos)
 C: La calificación es ordinaria (la tolerancia supera $\pm 0,2$ mm, pero es de 0,5 mm o menos)
 D: Fuera de la tolerancia permisible

A continuación se muestran los resultados de los artículos de evaluación descritos en 2.1 a 2.4 en las Tablas 1 y 2.

Tabla 1

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico					Relación de aglutinante orgánico en polvo granulado	Resultados de evaluación				
		Poli(alcohol vinílico)		Poliol		Amina orgánica		Relación de dens. aparente a dens. real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
	100 partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	%	g/cm³	g/cm³	%	-
Ejemplo 1	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,01	Derivado de alquilamina	0,1	29,4	6,47	7,42	94,8	B
Ejemplo 2	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,03	Derivado de alquilamina	0,1	32,2	6,49	7,45	95,2	A
Ejemplo 3	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	35,0	6,52	7,48	95,6	A
Ejemplo 4	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,07	Derivado de alquilamina	0,1	29,4	6,47	7,42	94,8	A
Ejemplo 5	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,1	Derivado de alquilamina	0,1	24,7	6,43	7,37	94,2	B
Ejemplo 6	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,2	Derivado de alquilamina	0,1	23,1	6,42	7,36	94,0	B
Ejemplo 7	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,3	Derivado de alquilamina	0,1	21,9	6,40	7,34	93,8	B
Ejemplo 8	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,5	Derivado de alquilamina	0,1	22,8	6,41	7,35	93,9	B
Ejemplo 9	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,7	Derivado de alquilamina	0,1	22,8	6,41	7,35	93,9	C
Ejemplo 10	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,001	30,4	6,45	7,43	94,9	B
Ejemplo 11	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,005	33,2	6,49	7,45	95,2	A
Ejemplo 12	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,01	34,1	6,51	7,48	95,6	A
Ejemplo 13	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,5	35,4	6,54	7,50	95,8	A
Ejemplo 14	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	1	35,1	6,53	7,49	95,7	A
Ejemplo 15	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	5	31,6	6,45	7,41	94,7	B

Tabla 2

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico					Relación de aglutinante orgánico en polvo granulado	Resultados de evaluación				
		Poli(alcohol vinílico)		Poliol		Amina orgánica		Relación de dens. aparente a dens. real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
	100 partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	%	g/cm³	g/cm3	%	-
Ejemplo 16	2 % de Ni-Fe	PVA	0,1	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	40,3	39,7	7,34	93,8	B
Ejemplo 17	2 % de Ni-Fe	PVA	0,2	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	36,8	6,47	7,42	94,8	A
Ejemplo 18	2 % de Ni-Fe	PVA	0,5	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	35,9	6,50	7,45	95,2	A
Ejemplo 19	2 % de Ni-Fe	PVA	1	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	24,3	6,51	7,47	95,4	A
Ejemplo 20	2 % de Ni-Fe	PVA	2	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	21,1	6,43	7,37	94,2	B
Ejemplo 21	2 % de Ni-Fe	PVA	3	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	20,3	6,24	7,31	93,4	B
Ejemplo 22	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	-	-	29,4	6,44	7,42	94,8	B
Ejemplo 23	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Etilenglicol	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	25,6	6,48	7,38	94,3	B
Ejemplo 24	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Propilenglicol	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	27,5	6,49	7,40	94,5	B
Ejemplo 25	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de cicloalquil-amina	0,1	23,8	6,46	7,36	94,0	B
Ejemplo 26	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alcanolamina	0,1	22,8	6,45	7,35	93,9	B
Ejemplo 27	SUS-316L	PVA	0,8	Glicerina	0,05	-	-	30,4	-	7,56	94,7	B
Ejemplo 28	SUS-316L	PVA	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	47,2	-	7,61	95,4	A

Tabla 2 (continuación)

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico						Relación de aglutinante orgánico en polvo granulado	Resultados de evaluación				
		Poli(alcohol vinílico)		Poliol		Amina orgánica			Relación de dens. aparente a dens. real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
		Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso						
	100 partes en peso							% en peso	g/cm ³	g/cm3	%	-	
Ejemplo comp. 1	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	-	-	0,79	17,2	6,45	7,29	93,1	C
Ejemplo comp. 2	2 % de Ni-Fe	PVA	0,05	-	-	-	-	0,05	54,1	6,47	6,95	88,8	D
Ejemplo comp. 3	2 % de Ni-Fe	PVA	3,5	-	-	-	-	3,38	9,3	6,14	6,54	83,6	D
Ejemplo comp. 4	2 % de Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	-	-	0,79	16,3	6,27	7,10	90,7	D
Ejemplo comp. 5	2 % de Ni-Fe	PVP	0,8	Glicerina	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	0,94	15,4	6,25	7,06	90,2	D
Ejemplo comp. 6	SUS-316L	PVA	0,8	-	-	-	-	0,79	18,7	-	7,32	91,7	C

Como resulta evidente por las Tablas 1 y 2, se confirmó que cada uno de los cuerpos moldeados y cuerpos sinterizados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los ejemplos respectivos tiene una alta densidad. En particular, se reveló que la densidad de moldeo y la densidad de sinterización pueden aumentarse específicamente usando glicerina como polioliol, optimizando el contenido de polioliol y demás.

La FIG. 2 es una gráfica que muestra la distribución de los cuerpos moldeados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los ejemplos 1 a 9, representando el eje horizontal la cantidad de adición de polioliol y representando el eje vertical la densidad de moldeo.

También en la FIG. 2, se confirmó que la densidad de moldeo puede aumentarse particularmente cuando la cantidad de adición del polioliol entra dentro del intervalo de 0,01 a 0,2 partes en peso, basada en 100 partes en peso del polvo metálico.

Adicionalmente, se confirmó también que los cuerpos sinterizados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los ejemplos respectivos tienen una excelente precisión dimensional.

Por otro lado, al usar el polvo granulado obtenido en el ejemplo comparativo 1, se obtuvo un cuerpo sinterizado cambiando la temperatura de cocción de 1.150 a 1.250 °C. La densidad de sinterización del cuerpo sinterizado resultante era de 7,41 g/cm³, que era equivalente a la del cuerpo sinterizado obtenido usando el polvo granulado obtenido en el ejemplo 1. A partir de este resultado, se reveló que, según la invención, puede sinterizarse favorablemente un polvo granulado incluso cuando se sinteriza a una temperatura relativamente baja, usando un horno de cocción que se usa ampliamente y es económico.

REIVINDICACIONES

1. Un polvo granulado que comprende una pluralidad de partículas metálicas unidas entre sí por un aglutinante orgánico, en el que el aglutinante orgánico contiene poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, un poliol y una amina orgánica o un derivado de la misma, y una relación de densidad aparente del polvo granulado a densidad real de las partículas metálicas de 20 a 50 %.
2. El polvo granulado según la reivindicación 1, en el que el poliol es glicerina.
3. El polvo granulado según la reivindicación 1 o 2, en el que la cantidad de poliol es de 0,01 a 0,2 partes en peso, basada en 100 partes en peso de partículas metálicas.
4. El polvo granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la amina orgánica es al menos una de una alquilamina, una cicloalquilamina, una alcanolamina y derivado de las mismas.
5. El polvo granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la cantidad de adición de amina orgánica es de 0,001 a 5 partes en peso, basada en 100 partes en peso de las partículas metálicas.
6. El polvo granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el contenido de aglutinante orgánico en el polvo granulado es de 0,1 a 20 % en peso.
7. Un procedimiento para producir un polvo granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 que comprende: proporcionar un polvo metálico mientras se hace girar o fluir el polvo metálico, suministrando simultáneamente una solución de aglutinante orgánico al polvo metálico para granular el polvo metálico, en el que el aglutinante orgánico contiene poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, un poliol y una amina orgánica o un derivado de la misma.
8. El procedimiento para producir un polvo granulado según la reivindicación 7, en el que la solución de aglutinante orgánico se suministra por pulverización.

FIG. 1A

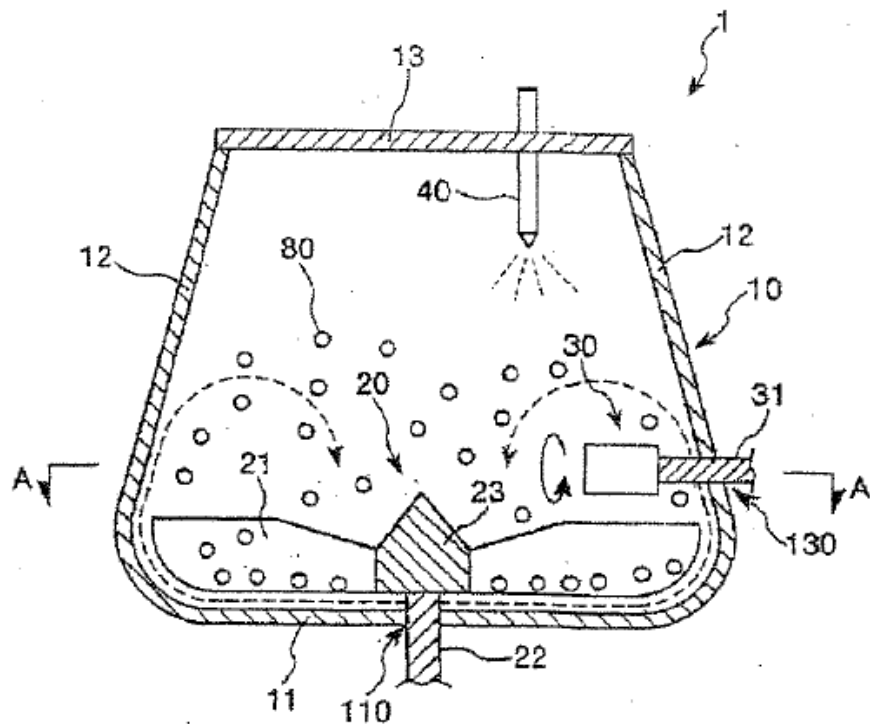
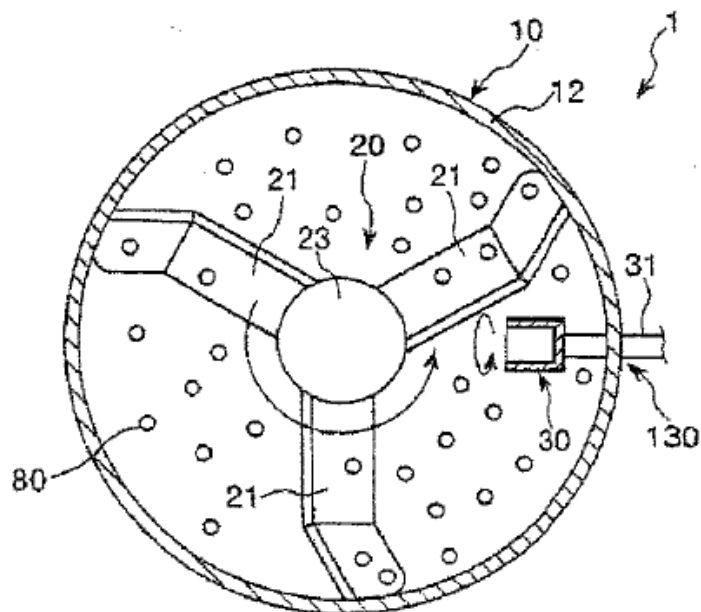


FIG. 1B



VISTA EN SECCIÓN TRANSVERSAL TOMADA
A LO LARGO DE LA LÍNEA A-A DE LA FIG. 1A

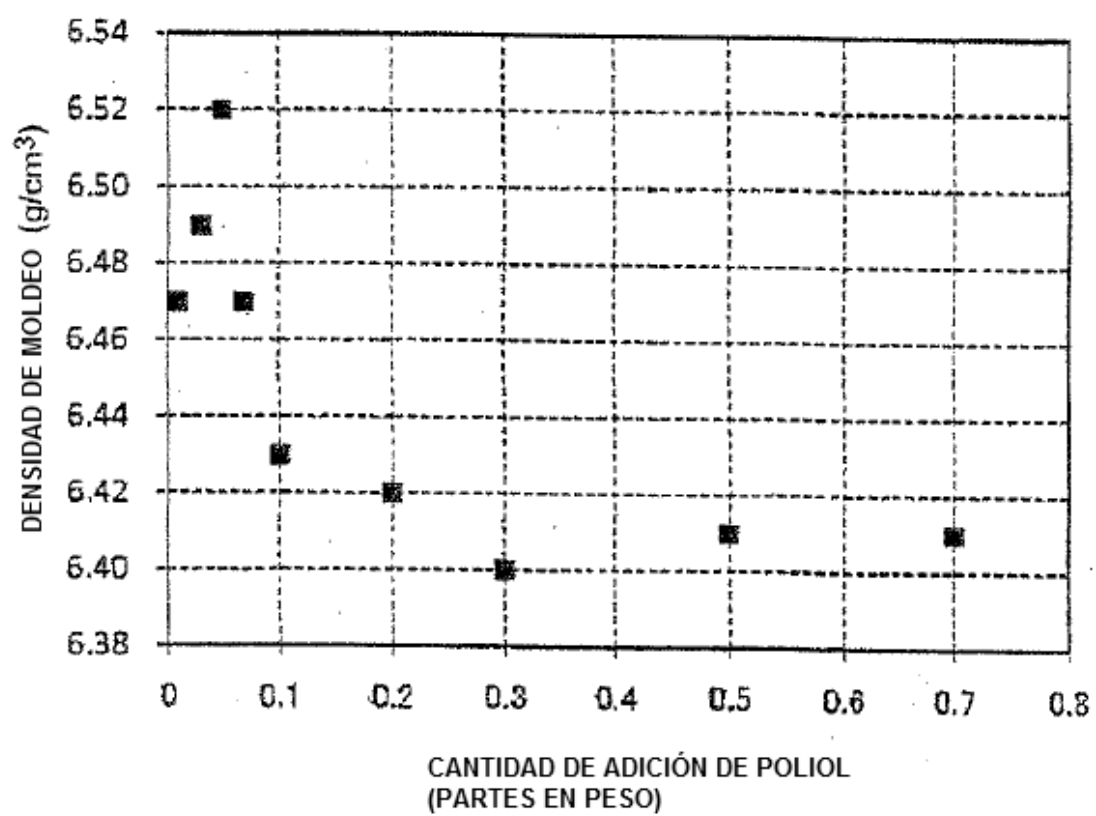


FIG. 2