

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 799**

51 Int. Cl.:

B22F 3/02 (2006.01)

B22F 3/12 (2006.01)

C22C 33/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.05.2011** **E 11720669 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.11.2014** **EP 2566639**

54 Título: **Método de compactación mejorado**

30 Prioridad:

07.05.2010 US 332431 P

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

15.01.2015

73 Titular/es:

HOEGANAES CORPORATION (100.0%)
1001 Taylors Lane
Cinnaminson, New Jersey 08077, US

72 Inventor/es:

NARASIMHAN, KALATHUR S.

74 Agente/Representante:

SÁEZ GARCIA, María Del Mar

ES 2 526 799 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

CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a técnicas de compactación mejoradas para uso en aplicaciones pulvimetalúrgicas que utilizan temperaturas y presiones más bajas que las que se suelen utilizar tradicionalmente en este campo.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Las piezas compactadas fabricadas a partir de polvos de hierro aislados son una alternativa adecuada a los aceros de laminación en aplicaciones de corriente alterna (AC). Tradicionalmente, las piezas compactadas para aplicaciones de corriente alterna electromagnética pulvimetalúrgicas se fabrican utilizando presiones de compactación tan altas como 1600 – 2000 MPa con el fin de conseguir una alta densidad de la pieza compactada cruda o bruta resultante. Estas altas fuerzas de compactación suelen deteriorar las partes mecánicas del dispositivo de compactación, en particular las utilizadas para obtener piezas con geometrías complejas.

Para conseguir densidades más altas en las piezas pulvimetalúrgicas para aplicaciones de corriente alterna no electromagnéticas, el denominado compacto bruto se calienta a temperaturas superiores a 650°C con el fin de eliminar el lubricante, seguido por una recompactación a presiones de compactación de 600-800 MPa. Se consiguen, de este modo, densidades más altas recompactando el metal para rellenar todos los huecos dejados por el lubricante eliminado.

Un método que implica una técnica de doble presión-doble sinterización para las piezas basadas en hierro se da a conocer en la solicitud de patente europea EP 0 457 418 A1.

Para las aplicaciones de corriente alterna electromagnética, sin embargo, se suele aplicar un revestimiento sobre el polvo metálico para eliminar el contacto metal a metal. Estos revestimientos no pueden soportar la temperatura excesiva normalmente utilizada para la eliminación del lubricante.

En consecuencia, lo que se necesita son métodos de compactación para polvos aislados que utilizan presiones de compactación más bajas y menores temperaturas de eliminación del lubricante, al mismo tiempo que mantienen las altas densidades de la pieza compactada.

SUMARIO DE LA INVENCION

Se describen, a continuación, métodos de compactación de composiciones pulvimetalúrgicas que comprenden la compactación de una composición pulvimetalúrgica basada en hierro utilizando una presión de 600 a 800 MPa para formar un compacto bruto; el calentamiento del compacto bruto a una temperatura de 300 a 400°C y la recompactación del compacto bruto a una presión de al menos 800 MPa para formar una pieza compactada. Las piezas compactadas obtenidas según estos métodos se describen también a continuación.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 ilustra, para una forma de realización de la invención, los efectos de las temperaturas de precompactación sobre la densidad de las piezas compactadas brutas después de la segunda compactación.

La Figura 2 ilustra la presión de compactación requerida para conseguir una alta densidad utilizando técnicas de compactación convencionales. La densidad de un compacto que utiliza un método de realización preferido de la invención se ilustra también en esta figura.

La Figura 3 ilustra la resistividad observada como una función de la temperatura de pre-recompactación en una forma de realización de la invención.

La Figura 4 ilustra la pérdida de núcleo observada como una función de la temperatura de pre-recompactación en una forma de realización de la invención.

La Figura 5 ilustra un diagrama de flujo de una forma de realización de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE FORMAS DE REALIZACIÓN ILUSTRATIVAS

Se ha descubierto que las piezas compactadas de alta densidad pueden obtenerse con procesos pulvimetalúrgicos (PM) utilizando presiones de compactación tan bajas como 800 MPa y temperaturas de eliminación de lubricante tan bajas como 300°C. Se ha descubierto también que no solamente se pueden conseguir altas densidades con presiones más bajas y temperaturas más bajas que las convencionalmente empleadas en las técnicas

pulvimetalúrgicas, sino también que las piezas compactadas resultantes tienen alta resistividad eléctrica y baja pérdida de núcleo.

5 Tal como aquí se utiliza, el término "resistividad" es una medida de la fuerza con la que un material se opone a la circulación de corriente eléctrica. En aplicaciones de corriente alterna pulvimetalúrgicas, PM AC, se suele tratar de maximizar la resistividad.

10 Tal como aquí se utiliza, el término "pérdida de núcleo" es la cantidad de energía magnética procedente de un campo magnético alterno aplicado, que se pierde para (convierte en) calor por peso unitario de un material magnético sometido a ese campo aplicado. En las aplicaciones de corriente alterna pulvimetalúrgicas, PM AC, debe reducirse al mínimo la pérdida de núcleo.

15 Los procesos pulvimetalúrgicos a los que se refiere la presente invención suelen utilizar polvos metalúrgicos basados en hierro. Realizaciones, a modo de ejemplo, de los polvos metalúrgicos basados en hierro, tal como aquí se utiliza dicho término, son polvos de hierro prácticamente puro, polvos de hierro previamente aleados con otros elementos (a modo de ejemplo, elementos de fabricación de acero) que mejoran la resistencia mecánica, las propiedades electromagnéticas u otras propiedades deseables del producto final y polvos de hierro a los que se han unido por difusión otros elementos. El polvo basado en hierro puede ser una mezcla de un polvo de hierro atomizado y un hierro esponjoso u otro tipo de polvo de hierro.

20 Más concretamente, los polvos de hierro puros son polvos de hierro que contienen no más de aproximadamente un 1,0 por ciento en peso, preferentemente no más de aproximadamente 0,5 por ciento en peso de impurezas normales. Estos polvos de hierro prácticamente puros son preferentemente polvos atomizados preparados mediante técnicas de atomización. Ejemplos de dichos polvos de hierro de calidad metalúrgica, muy compresibles, son la serie ANCORSTEEL 1000 de polvos de hierro puro, p.e., 1000, 1000B y 1000C, disponibles a través de Hoeganaes Corporation, Riverton, New Jersey. A modo de ejemplo, el polvo de hierro ANCORSTEEL 1000 tiene un perfil de filtrado típico de aproximadamente 22 por ciento en peso de las partículas por debajo de una criba n° 325 (serie de Estados Unidos) y aproximadamente un 10 por ciento en peso de las partículas mayores que una criba n° 100 con el resto entre estos dos tamaños (cantidades de trazas superiores a la criba n° 60). El polvo ANCORSTEEL 1000 tiene una densidad aparente desde aproximadamente 2,85 - 3,00 g/cm³, normalmente 2,94 g/cm³. Otros polvos de hierro prácticamente puro, que se pueden utilizar en la invención, son polvos de hierro esponjoso típicos tales como polvo ANCOR MH-100 de Hoeganaes.

35 El polvo basado en hierro puede incorporar uno o más elementos aleantes que mejoran las propiedades mecánicas u otras propiedades de la pieza metálica final. Dichos polvos basados en hierro pueden ser polvos de hierro, preferentemente de hierro prácticamente puro, que han sido mezclados o pre-aleados con uno o más de dichos elementos. Los polvos basados en hierro utilizables incluyen también combinaciones de polvos de hierro puro y polvos pre-aleados. Los polvos basados en hierro pre-aleados se preparan realizando una fusión de hierro y de los elementos aleantes deseados, y posteriormente atomizando la masa fundida, con lo que las gotículas atomizadas forman el polvo al producirse la solidificación.

45 Ejemplos de elementos aleantes que pueden previamente alearse con hierro, o mezclarse con polvos de hierro puro y/o pre-aleados incluyen, sin limitación, molibdeno, manganeso, magnesio, silicio, níquel, vanadio, columbio (niobio), fósforo y sus combinaciones. Los elementos aleantes preferidos son molibdeno, fósforo, níquel, silicio y sus combinaciones. La cantidad del elemento o elementos aleantes incorporados depende de las propiedades deseadas en la pieza metálica final. Los polvos de hierro pre-aleados, que incorporan dichos elementos aleantes, están disponibles a través de Hoeganaes Corp., como parte de su línea de polvos ANCORSTEEL.

50 Otro ejemplo de polvos basados en hierro aleados son polvos basados en hierro enlazados por difusión, que son partículas de hierro prácticamente puro que tienen una capa o revestimiento de uno o más otros elementos aleantes o metales, tales como elementos de fabricación de acero, difundidos en sus superficies exteriores. Un proceso típico para obtener dichos polvos es atomizar una masa fundida de hierro y luego, combinar este polvo atomizado con los polvos aleantes y efectuar un recocido de esta mezcla de polvos en un horno.

55 Los polvos basados en hierro que son útiles en la práctica de la invención incluyen también los polvos de acero inoxidable. Estos polvos de acero inoxidable están comercialmente disponibles en varias calidades en la serie de Hoeganaes ANCOR® tal como los polvos ANCOR® 410L, 430L, 434L y 409Cb.

60 Otros polvos de hierro también útiles en la invención son polvos filtrados para diferentes fracciones de tamaño de partículas, a modo de ejemplo, 400 micrones a 150 micrones, 400 micrones a 105 micrones, 177 micrones a 105 micrones, 105 micrones a 5 micrones, 44 micrones a 5 micrones o varias de sus combinaciones. Los expertos en esta técnica reconocerán fácilmente el tamaño de partícula adecuado para su uso en una aplicación particular.

65 Los polvos de hierro de la invención constituyen una parte principal de las composiciones pulvimetalúrgicas aquí descritas y suelen constituir al menos aproximadamente un 85 por ciento en peso, preferentemente al menos

aproximadamente un 90 por ciento en peso y, más preferentemente, al menos aproximadamente un 95 por ciento en peso de la composición pulvimetalúrgica.

Un revestimiento de fosfato metálico cubre prácticamente, completamente o al menos parcialmente, los polvos basados en hierro, los polvos aleantes opcionales o ambos a la vez. Los fosfatos metálicos incluyen cualquier fosfato metálico conocido para los expertos en esta técnica. Los fosfatos metálicos incluyen, a modo de ejemplo, fosfato de manganeso, fosfato de níquel, fosfato de zinc, fosfato de cobre y sus combinaciones. Preferentemente, el fosfato metálico es el fosfato de zinc.

Las composiciones pulvimetalúrgicas de la invención incluyen desde aproximadamente 0,01 a aproximadamente 1 por ciento en peso de fosfato metálico. Preferentemente, las composiciones pulvimetalúrgicas incluyen desde aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,40 por ciento en peso del fosfato metálico. Más preferentemente, las composiciones pulvimetalúrgicas incluyen desde aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,20 de porcentaje en peso del fosfato metálico. Las composiciones pulvimetalúrgicas se suelen preparar en un proceso de "una etapa" o "dos etapas". El proceso de "una etapa" implica la mezcla de un polvo metálico base, fosfato metálico, un lubricante interno en partículas y cualesquiera polvos aleantes opcionales y aditivos que formarán la composición pulvimetalúrgica. A continuación, la mezcla se combina con el ácido protónico para reaccionar y formar un revestimiento de fosfato metálico sobre los polvos componentes. En una forma de realización, la capa de fosfato metálico se forma al mismo tiempo que las partículas se aglomeran juntas con un aglutinante. El proceso de "una etapa" ahorra tiempo y gastos relacionados en los procesos de fabricación, en particular en los procesos a gran escala para la fabricación de cantidades comerciales de composiciones pulvimetalúrgicas.

El proceso de "dos etapas" implica la formación de un revestimiento de fosfato metálico sobre los polvos basados en metal antes de la mezcla con el lubricante interno en partículas y los aditivos opcionales que formarán la composición pulvimetalúrgica. En primer lugar, los polvos con base de metal, los polvos aleantes opcionales o una de sus combinaciones, se mezclan con el fosfato metálico. A continuación, la mezcla se combina con el ácido protónico para reaccionar para formar un revestimiento de fosfato metálico sobre la mezcla de polvos. La mezcla revestida se combina luego con el lubricante interno en partículas y cualesquiera aditivos o polvos aleantes opcionales adicionales, a modo de ejemplo, aglutinantes, resinas y elementos similares.

Los ácidos protónicos son cualquier sustancia que puede donar un ión de hidrógeno (protón). Los ácidos protónicos, a modo de ejemplo, incluyen, sin limitación, el ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido fosfórico y agua. Preferentemente, el ácido protónico es el ácido fosfórico, el ácido clorhídrico, el ácido sulfúrico o el ácido nítrico. Más preferentemente, el ácido protónico es el ácido fosfórico.

De forma opcional, el ácido protónico puede diluirse en un disolvente antes de combinarse con la mezcla de polvo con base de metal y fosfato metálico. Los disolventes típicos incluyen, a modo de ejemplo, acetona, acetato de etilo, agua, éter de dietilo, diclorometano, metanol, etanol y tolueno. Preferentemente, el disolvente es acetona. El disolvente se elimina de la mezcla mediante técnicas de secado convencionales, tales como a modo de ejemplo, técnicas de vacío, calentamiento de la mezcla a desde aproximadamente 100° F a aproximadamente 150° F o una de sus combinaciones.

De forma opcional, después de que el ácido protónico y el fosfato metálico hayan reaccionado con el polvo de metal base, el ácido protónico no se elimina de modo que las composiciones pulvimetalúrgicas pueden incluir una pequeña cantidad de ácido protónico en exceso, tal como, a modo de ejemplo, desde aproximadamente 0,001 a aproximadamente 0,2 por ciento en peso de ácido protónico.

Las composiciones pulvimetalúrgicas incluyen lubricantes internos en partículas, cuya presencia reduce las fuerzas de eyección requeridas para eliminar el componente compactado desde la cavidad de la matriz de compactación. Ejemplos de dichos lubricantes incluyen compuestos de estearato, tales como estearatos de litio, zinc, manganeso y calcio, ceras tales como cera de polietileno, etileno bis-estearamidas y poliolefinas y mezclas de estos tipos de lubricantes. Otros lubricantes incluyen los que contienen un compuesto de poliéter, según se describe en la patente de Estados Unidos 5,498,276 para Luk y los de utilidad a más altas temperaturas de compactación que se describen en la patente de Estados Unidos nº 5,368,630 para Luk, además de los dados a conocer en la patente de Estados Unidos nº 5,330,792 para Johnson et al.

Las presiones de compactación utilizadas en la primera etapa de compactación en la presente invención son 600 a 800 MPa. Se prefiere una presión de compactación de 800 MPa, aunque se pueden utilizar más bajas presiones, a modo de ejemplo, 750 MPa, 700 MPa, 650 MPa o 600 MPa. La presión utilizada en la etapa de recompactación es al menos 800 MPa y puede dar lugar a densidades más altas. Además, la presión aplicada durante la primera compactación puede ser aproximadamente la misma o puede ser más baja que la presión aplicada durante las compactaciones posteriores.

Las temperaturas aplicadas al compacto, en formas de realización preferidas de la invención, son inferiores a la de 600°C convencional. En una forma de realización preferida, la temperatura aplicada para eliminar al menos una

parte de lubricante interno está en el margen de 300°C a 400°C, más preferentemente aproximadamente 350°C o superior. En otra forma de realización preferida, la pieza compactada bruta se enfría a una temperatura inferior a aproximadamente 150°C, preferentemente a la temperatura ambiente, antes de la segunda etapa de compactación. También es posible compactar la pieza a la temperatura de curado.

La invención puede entenderse, además, haciendo referencia a las realizaciones, a modo de ejemplo, siguientes, que están previstas para ser ilustrativas de la invención solamente y no están previstas para ser limitadoras en modo alguno.

FORMAS DE REALIZACIÓN A MODO DE EJEMPLO

El polvo de hierro (ANCORSTEEL 1000C, Hoeganaes Corp., Riverton, NJ), fue filtrado a través de un filtro de malla de Estados Unidos de 140 mallas y el polvo residual que queda en la parte superior del filtro fue revestido con fosfato de zinc (0,2 % en peso del polvo de hierro) y mezclado en un lecho fluido con polvo de nylon termoplástico (polvo acrílico) (0,3 % en peso del polvo de hierro) y alcohol de polivinilo (0,3 % en peso del polvo de hierro). El polvo revestido fue mezclado con un 0,2 % de lubricante de etileno bis-estearamida. Este polvo se sometió a una presión de 800 MPa a una temperatura de matriz de 80°C para formar un compacto bruto rectangular y torroides que se calentaron a diversas temperaturas. La pieza presionada se mantuvo a la temperatura de pieza indicada durante 60 minutos bajo un flujo de gas nitrógeno, enfriado a la temperatura ambiente, y represionado a 800 MPa de nuevo. La densidad fue medida utilizando el método de ensayo estándar de MPIF estándar 42. La resistividad fue medida por el método de ensayo estándar ASTM D257-07 de la técnica de sonda de cuatro puntas. La pérdida de núcleo fue medida en torroides utilizando métodos de ensayo ASTM A773/A773M-01.

La Figura 1 ilustra los efectos de la temperatura de pre-recompactación sobre la densidad recompactada.

La Figura 2 ilustra la presión de compactación requerida para conseguir altas densidades utilizando técnicas de compactación convencionales. Según se ilustra en la Figura 2, se requiere una presión de al menos 1500 MPa para conseguir densidades de 7,58 g/cm³. De forma sorprendente esta densidad puede conseguirse utilizando los métodos según la invención, esto es, una presión de compactación de aproximadamente 800 Mpa.

La Figura 3 ilustra la resistividad observada como una función de la temperatura de pre-recompactación. Según puede observarse a partir de la Figura 3, se constata una muy alta resistividad a aproximadamente 300°C.

La Figura 4 ilustra la pérdida de núcleo observada como una función de la temperatura de pre-recompactación. Como puede observarse a partir de la Figura 4, una pérdida de núcleo muy baja se constata a aproximadamente 300°C.

La Figura 5 ilustra un diagrama de flujo de una forma de realización de la presente invención. Las etapas de esta forma de realización incluyen (a) tratamiento en matriz caliente (80°C) o compactación a la temperatura ambiente a 700 - 830 MPa; (b) curado a una temperatura de 300 a 400°C en una atmósfera de nitrógeno o aire durante 1 hora; (c) enfriamiento a la temperatura ambiente; (d) nueva presión a 80°C a la temperatura ambiente a 700 a 830 MPa para alta densidad y (e) curado a una temperatura de 450°C en una atmósfera de nitrógeno o aire durante 1 hora para obtener una pieza compactada acabada.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Un método de compactación de composiciones pulvimetalúrgicas, que comprende:
- 10 la compactación de una composición pulvimetalúrgica con base de hierro que comprende un polvo con base de hierro y un lubricante, utilizando una presión de 600 MPa a 800 MPa para formar un así denominado compacto bruto;
- 15 el calentamiento del compacto bruto a una temperatura de 300°C a 400°C y
- 20 la recompactación del compacto bruto utilizando una presión de al menos 800 MPa para formar una pieza compactada.
- 25 **2.** Un método según la reivindicación 1, en donde el compacto bruto se calienta a una temperatura superior al punto de fusión del lubricante, pero inferior a 650°C antes de la etapa de recompactación.
- 3.** Un método según la reivindicación 1, en donde el compacto bruto se enfría por debajo de 150°C, antes de la etapa de recompactación.
- 4.** Un método según la reivindicación 1, en donde el compacto bruto se enfría a la temperatura ambiente antes de la etapa de recompactación.

Densidad vs Temperatura calor pre-compactación, compactado a 800 MPa

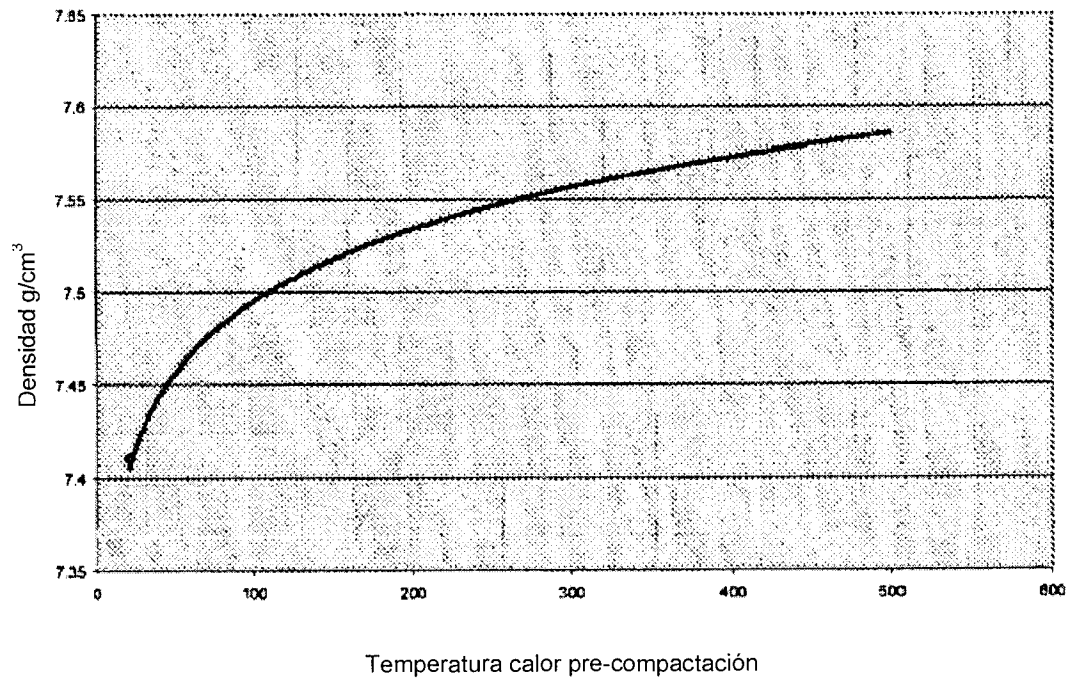


Figura 1

Densidad vs Presión compactación en muestras no represionadas

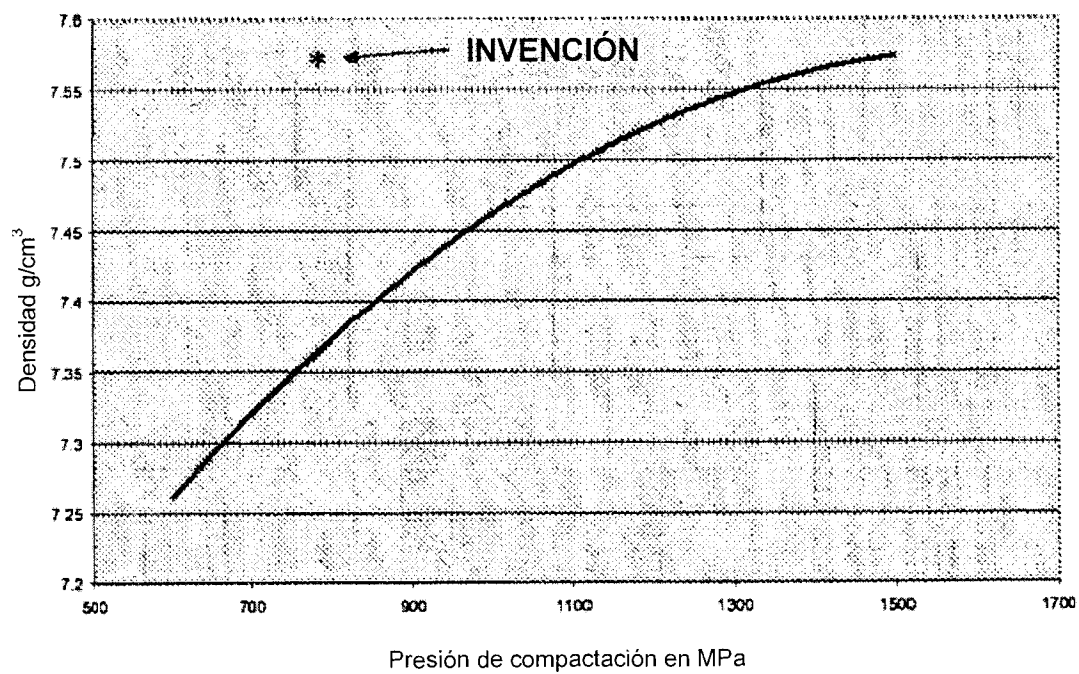


Figura 2

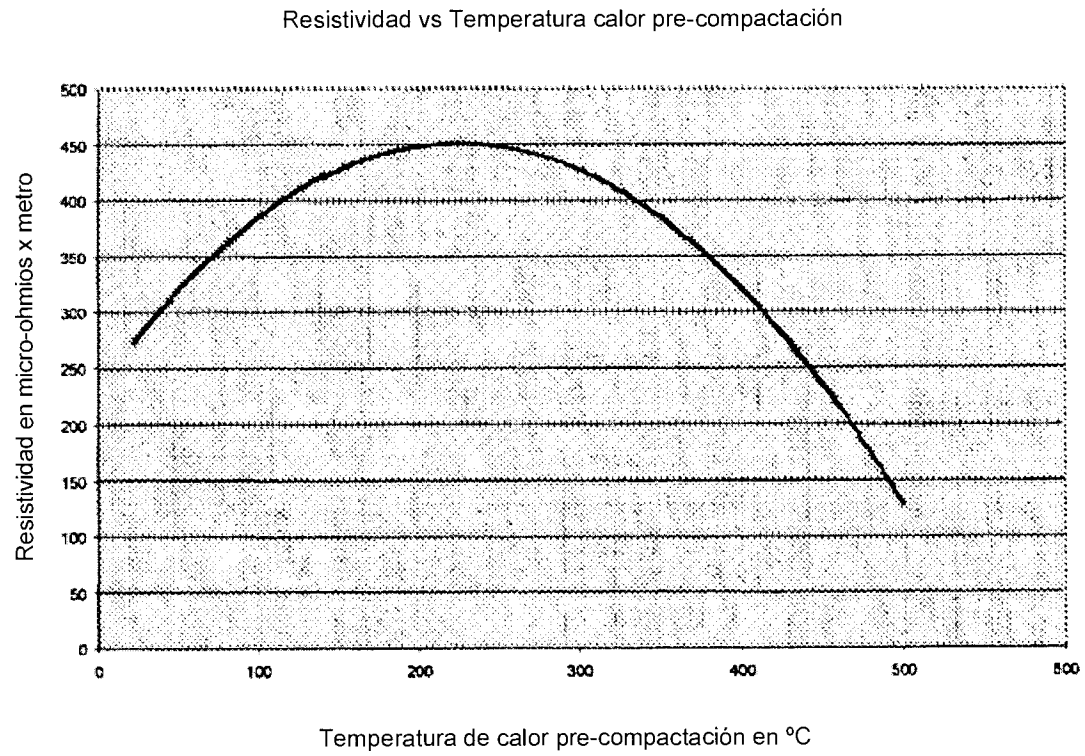


Figura 3

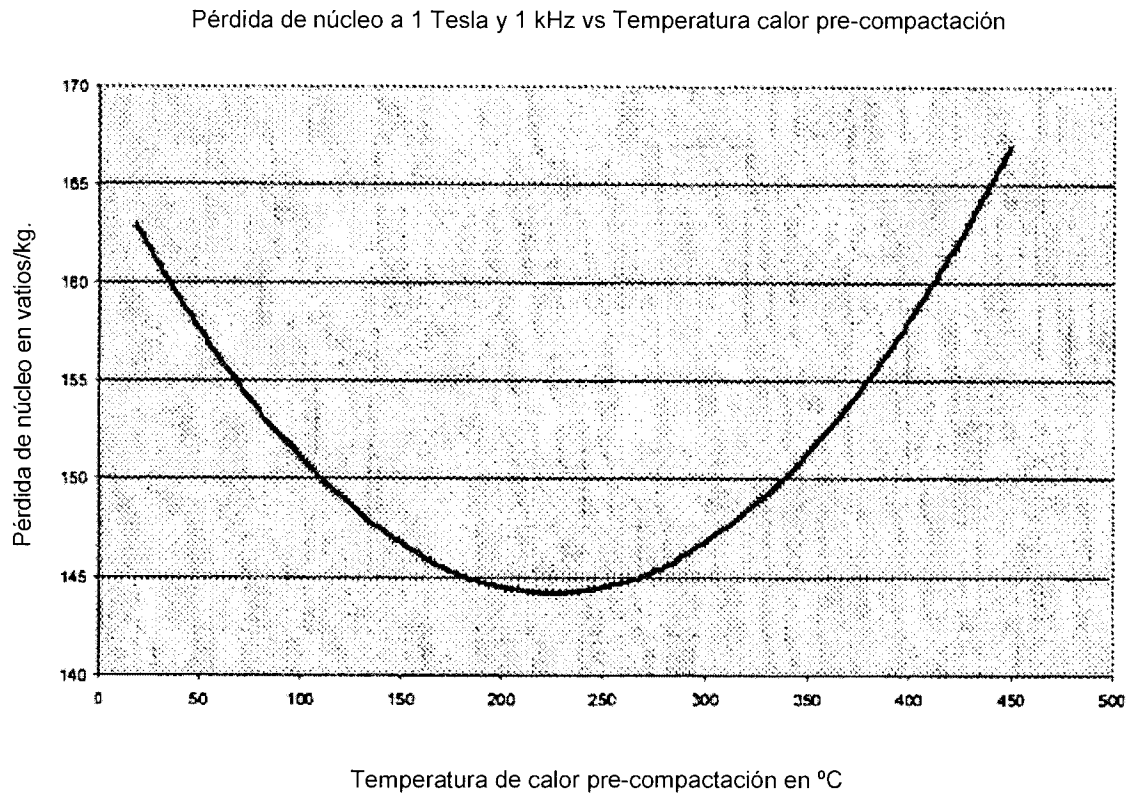


Figura 4

Método para más alta densidad

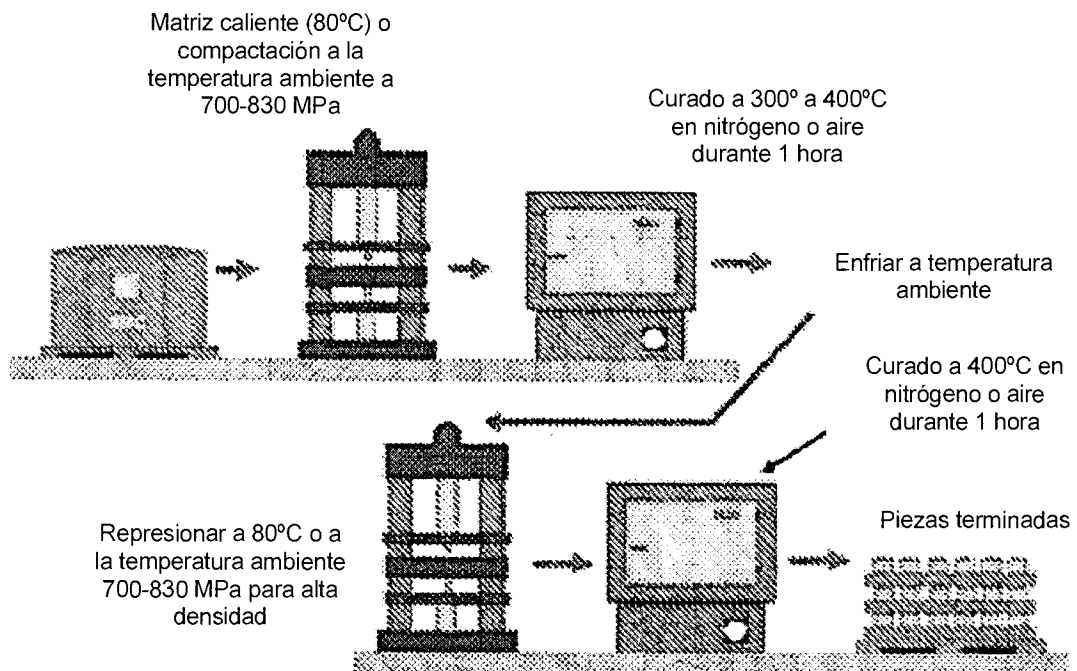


Figura 5