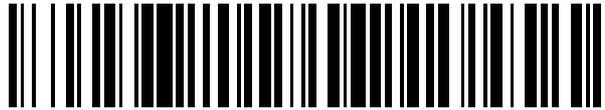


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 527 433**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2011 E 11157438 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.10.2014 EP 2366475**

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

30 Prioridad:

11.03.2010 JP 2010055147

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

23.01.2015

73 Titular/es:

**SEIKO EPSON CORPORATION (100.0%)
4-1, Nishishinjuku 2-chome
Shinjuku-ku, Tokyo 163-0811, JP**

72 Inventor/es:

KADOMURA, TAKESHI

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 527 433 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 **Antecedentes****1. Campo técnico**

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

10

2. Técnica relacionada

Como procedimiento para la pulvimetalurgia es conocido un procedimiento de compactación de polvo. En este procedimiento, se carga una mezcla de un polvo metálico y un aglutinante orgánico en un troquel de moldeo, seguido de compactación, obteniendo de este modo un cuerpo verde de conformación dada. El cuerpo verde obtenido se somete a un tratamiento de desengrasado para eliminar el aglutinante orgánico y a un tratamiento de cocción para sinterizar el polvo metálico, formando de este modo un cuerpo sinterizado metálico. Una técnica de este tipo es una técnica de pulvimetalurgia ejemplar, y se puede producir una gran cantidad de cuerpo sinterizado metálico de una conformación complicada de acuerdo con la conformación del troquel de moldeo. Por tanto, esta técnica se ha extendido ampliamente en muchos campos industriales.

15

20

En el procedimiento de compactación de polvo, en primer lugar, es necesario llenar con un polvo metálico un troquel de moldeo lo más ajustado posible. Esto se debe a que cualquier espacio en el troquel de moldeo se mantendrá en el cuerpo verde resultante como un orificio, dando como resultado una mala densidad del cuerpo sinterizado metálico resultante.

25

Sin embargo, como polvo metálico, a veces se usa un polvo fino con un diámetro de partícula promedio de 10 µm o menos. Este polvo fino tiene una fluidez baja, y por tanto, es malo para llenar por completo un troquel de moldeo. Por tanto, se granula una mezcla de un polvo metálico y un aglutinante orgánico en partículas con un tamaño de partícula mayor para mejorar la fluidez de la misma. Cuando se granula la mezcla, una pluralidad de partículas en el polvo metálico se unen entre sí por el aglutinante orgánico, formando de este modo un polvo granulado con un tamaño de partícula mayor. El polvo granulado tiene una fluidez mayor que el polvo metálico, y por lo tanto, es excelente para llenar un troquel de moldeo, y por tanto, se puede producir un cuerpo verde denso y un cuerpo sinterizado denso.

30

35

Por ejemplo, el documento JP-A-2005-154847 divulga un procedimiento para obtener un cuerpo sinterizado por compactación de polvo de un polvo granulado a partir de un polvo metálico y cocer el cuerpo verde resultante a una temperatura alta de 1200 °C o mayor.

40

Sin embargo, un horno de cocción que se pueda usar a una temperatura de 1200 °C o mayor necesita una estructura resistente al calor especial, y por lo tanto es costoso, y además tiene un coste alto en funcionamiento.

40

Por otra parte, si se disminuye la temperatura de cocción, disminuye la densidad del cuerpo sinterizado resultante, y surge un problema ya que el cuerpo sinterizado tiene una mala propiedad mecánica.

45

El documento EP065 95 08 describe procedimientos y equipo de fabricación para polvos granulados en los que, se controla la reacción entre los polvos de aleación que contiene tierras raras del tipo R-Fe-B-o del tipo R-Co y el aglutinante, se reduce el contenido en oxígeno y carbono residual de los productos sinterizados después de la sinterización, y de este modo es posible obtener polvos granulados isotrópicos o anisótropos con propiedades de lubricación y fluencia de polvo buenas cuando se moldean. Después de la agitación, se formó una suspensión espesa de polvos de aleación que contienen tierras raras añadiendo un aglutinante que consiste en agua y al menos una o cualquiera de metilcelulosa, poli(acrilamida o poli(alcohol vinílico)), y mezclando, se describe que se forman gotitas líquidas orientadas aplicando un campo magnético a la suspensión espesa para orientar las dichas partículas de polvo y pulverizarlas dentro de la cámara de un aparato secador de pulverización. Se divulga además que por solidificación seca instantánea de estos polvos granulados anisótropos, es posible fabricar polvos granulados esféricos con propiedades magnéticas buenas y una fluencia alta en los que se mejoran las propiedades de fluencia y lubricación del polvo en el momento del moldeo por compresión, así como se mejoran el ciclo de moldeo y la precisión dimensional del producto moldeado.

50

55

60

El documento EP 1118404 describe un polvo de partículas secundario con diámetros de partícula de 10 micrómetros a 500 micrómetros producido uniendo partículas de un polvo de partículas primario que está fabricado principalmente de aluminio y tiene diámetros de partícula de 5 micrómetros a 300 micrómetros con otro usando un aglutinante orgánico. De forma similar, este documento describe también otro polvo de partículas secundario con diámetros de partícula de 50 micrómetros a 200 micrómetros producido uniendo partículas de un polvo de partículas primario que está fabricado principalmente de hierro y tiene diámetros de partícula de 20 micrómetros a 100 micrómetros con otro usando un aglutinante orgánico. De acuerdo con la descripción, se puede emplear el procedimiento mencionado anteriormente para proporcionar un polvo de aleación con fluidez excelente, y se puede usar el polvo de partículas secundario

65

resultante para producir un compactado sinterizado de aleación con una precisión dimensional alta.

El documento EP 1536027 describe la provisión de un polvo de acero de baja aleación para sinterización que puede proporcionar un compactado sinterizado con características de densidad y uniformidad altas, y que proporciona un compactado sinterizado con dichas características. Se detalla un polvo crudo para sinterización, que comprende Fe como su componente primario y que comprende además un 0,8 % en peso o menos de C, de un 0,05 a un 1,0 % en peso de Si, un 1,0 % en peso o menos de Mn, y de un 1,0 a un 10,0 % en peso o menos de Ni, en el que el tamaño de grano medio del polvo crudo para sinterización es de 8,5 μm o menos; y es además un polvo granulado para sinterización obtenido granulando el polvo crudo para sinterización por medio de un aglutinante.

El documento US 5722602 describe un procedimiento para potenciar la fluencia de un polvo, se divulga. El documento describe que en este procedimiento, se mezcla un polvo de metal, material cerámico o mezclas de los mismos, con poli(alcohol vinílico). Se forma una pasta de la mezcla de polvo-poli(alcohol vinílico) y se seca. La pasta seca se divide en partículas y se forma un polvo fluidizable con un tamaño de partícula en el intervalo de aproximadamente 50 μm a aproximadamente 300 μm .

Sumario

Una ventaja de algunos aspectos de la invención es la de proporcionar un polvo granulado que se sinteriza favorablemente aún cuando se somete a cocción a una temperatura relativamente baja y que puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad baja, y proporcionar también un procedimiento para producir un polvo granulado de este tipo.

De acuerdo con un aspecto de la invención, se proporciona un polvo granulado que comprende una pluralidad de partículas metálicas unidas entre sí por un aglutinante orgánico, en el que el aglutinante orgánico contiene (i) poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, (ii) una cera, y (iii) un tensioactivo no iónico.

De acuerdo con esta configuración, un polvo granulado se sinteriza favorablemente aún cuando se somete a cocción a una temperatura relativamente baja y puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad alta.

De acuerdo con el aspecto de la invención, una cantidad total de (i) la cera y (ii) el tensioactivo no iónico es preferentemente de 0,01 a 1 parte en peso en base a 100 partes en peso de las partículas metálicas.

De acuerdo con esta configuración, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización particularmente alta.

De acuerdo con el aspecto de la invención, la cera es preferentemente una cera mineral, una cera de petróleo o una cera modificada de las mismas.

De acuerdo con esta configuración, se puede incrementar la fluidez de las partículas del polvo granulado, y por tanto, a partir de las mismas se puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización alta.

De acuerdo con el aspecto de la invención, la cera mineral es preferentemente cera de montana o un derivado de la misma.

De acuerdo con esta configuración, el aglutinante orgánico tiene una plasticidad óptima, y junto con la excelente fluidez impartida a las partículas del polvo granulado, se puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización mayor.

De acuerdo con el aspecto de la invención, la cera de petróleo es preferentemente cera de parafina, cera microcristalina o un derivado de una de éstas.

De acuerdo con esta configuración, se potencia adicionalmente la densificación del polvo granulado.

De acuerdo con el aspecto de la invención, el tensioactivo no iónico es preferentemente un éster de ácido graso y sorbitán.

El éster de ácido graso y sorbitán es útil porque tiene una seguridad biológica alta y puede incrementar además la afinidad entre las partículas metálicas y la cera.

De acuerdo con el aspecto de la invención, preferentemente el aglutinante orgánico contiene además un poliol.

De acuerdo con esta configuración, se densifica adicionalmente el polvo granulado.

De acuerdo con el aspecto de la invención, el poliol es preferentemente glicerol.

- 5 Entre los polioles, el glicerol tiene un peso molecular relativamente bajo y además tiene un contenido en grupos hidroxilo alto, y por tanto, entra fácilmente entre las moléculas de polietilenglicol. Además, el glicerol contiene muchos sitios que contribuyen a la formación de enlaces de hidrógeno, y por tanto, contribuye a la densificación del polvo granulado. Además, el glicerol tiene una viscosidad moderada, y por tanto, puede incrementar adicionalmente la propiedad de unión de las partículas metálicas en el momento de la granulación y la propiedad de retención de la conformación del cuerpo verde.
- 10 De acuerdo con el aspecto de la invención, una cantidad del poliol es preferentemente de 0,01 partes en peso o más pero menos de 0,3 partes en peso en base a 100 partes en peso de las partículas metálicas.
- 15 De acuerdo con esta configuración, el polvo granulado puede ser particularmente denso, y por tanto, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una densidad alta. Además, se puede evitar la aparición de una fuerza de resorte (es decir, el resultado de la acumulación de tensión en el cuerpo verde durante la compactación del polvo y la liberación de la tensión acumulada después de la finalización de la compactación acompañado de deformación).
- 20 De acuerdo con el aspecto de la invención, preferentemente el aglutinante orgánico contiene además una amina orgánica.
- De acuerdo con esta configuración, la amina orgánica se adsorbe espontáneamente sobre las superficies de las partículas metálicas para reducir la fricción entre partículas, potenciando de este modo la densificación del polvo granulado. Además de esto, la amina orgánica adsorbida sobre las superficies de las partículas reduce la probabilidad de contacto entre las partículas y el aire exterior, y por tanto, se puede incrementar la resistencia a la intemperie de las partículas.
- 25 De acuerdo con el aspecto de la invención, la amina orgánica es preferentemente al menos una de una alquilamina, una cicloalquilamina y una alcanolamina (incluyendo derivados de éstas).
- De acuerdo con esta configuración, se potencia adicionalmente la densificación del polvo granulado.
- 30 De acuerdo con el aspecto de la invención, una cantidad de la amina orgánica es preferentemente de un 30 a un 200 % en peso en base a la cantidad total de la cera y el tensioactivo no iónico.
- De acuerdo con esta configuración, se optimiza el equilibrio entre la amina orgánica, y la cera y el tensioactivo no iónico.
- 35 De acuerdo con el aspecto de la invención, cada una de la pluralidad de las partículas metálicas se cubre preferentemente con una capa de recubrimiento que comprende la amina orgánica.
- De acuerdo con esta configuración, se puede producir fácilmente un polvo granulado que se sinteriza favorablemente aún cuando se somete a cocción a una temperatura relativamente baja y que puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad alta.
- 40 De acuerdo con otro aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para producir un polvo granulado como se define anteriormente, comprendiendo el procedimiento proporcionar un polvo metálico, mientras se hace girar o fluir el polvo metálico, suministrar simultáneamente una solución de un aglutinante orgánico al polvo metálico, en el que el aglutinante orgánico contiene poli(alcohol vinílico), una cera, y un tensioactivo no iónico, granulando de este modo el polvo metálico.
- 45 De acuerdo con esta configuración, puesto que se suministra uniformemente la cantidad correcta de la solución de aglutinante a las partículas metálicas, se puede hacer uniforme la conformación y el tamaño del polvo granulado. Como resultado, se puede obtener un polvo granulado con una distribución del tamaño de partícula uniforme.
- 50 De acuerdo con el aspecto de la invención, la solución del aglutinante orgánico se suministra preferentemente por pulverización.
- 55 De acuerdo con esta configuración, puesto que se suministra uniformemente la cantidad correcta de la solución de aglutinante a las partículas metálicas, se puede hacer uniforme la conformación y el tamaño del polvo granulado. Como resultado, se puede obtener un polvo granulado con una distribución del tamaño de partícula uniforme.
- 60 **Breve descripción de los dibujos**
- Se describirá la invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que los números de referencia semejantes hacen referencia a elementos semejantes.
- 65 Las FIG. 1A y 1B son vistas esquemáticas que muestran una estructura de un granulador de tambor giratorio que se usa en un procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención.

La FIG. 2 es un gráfico que muestra la distribución de cuerpos moldeados (cuerpos verdes) obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos y el ejemplo comparativo 1, representando eje horizontal la cantidad de adición total de una cera y un tensioactivo no iónico, y representando eje vertical una densidad de moldeo.

La FIG. 3 es un gráfico que muestra la distribución de cuerpos moldeados (cuerpos verdes) obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos y el ejemplo comparativo 1, representando eje horizontal la cantidad de adición de un poliol y representando eje vertical la densidad de moldeo.

Descripción de modos de realización ejemplares

A continuación en el presente documento, se describirán en detalle el polvo granulado y el procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención por medio de modos de realización preferentes con referencia a los dibujos adjuntos.

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

Además, el aglutinante orgánico que se va a usar en la invención contiene poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, una cera y un tensioactivo no iónico.

Un polvo granulado de este tipo se sinteriza favorablemente aún cuando se somete a cocción a una temperatura relativamente baja y puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad alta. Por lo tanto, tiene la ventaja de que se puede usar un horno de cocción que no tenga una estructura resistente al calor especial, que sea económico y que tenga un coste bajo en funcionamiento.

A continuación en el presente documento, el polvo granulado de acuerdo con la invención se describirá en detalle.

Partículas metálicas (polvo metálico)

Las partículas metálicas usadas no están particularmente limitadas. Ejemplos de las mismas incluyen partículas de Mg, Al, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, y, Zr, Nb, Mo, Pd, Ag, In, Sn, Ta, W, y aleaciones de las mismas.

Entre estas, se usan preferentemente partículas de cualquiera de una variedad de aleaciones a base de Fe tales como acero inoxidable, acero para troqueles, acero para herramienta de corte de alta velocidad, acero con bajo porcentaje de carbono, se usan preferentemente la aleación de Fe-Ni y la aleación de Fe-Ni-Co. Estas se pueden proporcionar en forma de un polvo metálico. Puesto que una aleación a base de Fe de este tipo tiene una propiedad mecánica excelente, un cuerpo sinterizado obtenido usando este polvo de aleación a base de Fe tiene una propiedad mecánica excelente y se puede usar en un amplio intervalo de aplicaciones.

Ejemplos del acero inoxidable incluyen SUS 304, SUS 316, SUS 317, SUS 329, SUS 410, SUS 430, SUS 440 y SUS 630.

Además, el diámetro de partícula promedio de las partículas metálicas es preferentemente de 1 a 30 μm , más preferentemente de 3 a 20 μm , más preferentemente además de 3 a 10 μm . Las partículas metálicas con un diámetro de partícula de este tipo pueden producir un cuerpo sinterizado suficientemente denso evitando una disminución en la compresibilidad en el momento de la compactación.

Dicho sea de paso, si el diámetro de partícula promedio es menor que el límite inferior anterior, el polvo metálico es propenso a agregarse y la compresibilidad en el momento de la compactación puede disminuir significativamente. Por otra parte, si el diámetro de partícula promedio excede el límite superior anterior, el espacio entre las partículas del polvo puede ser demasiado grande, y la densificación del cuerpo sinterizado finalmente obtenido puede ser insuficiente.

Además, la densidad de polvo vibrado para el polvo metálico es, en el caso de, por ejemplo, un polvo de aleación a base de Fe, preferentemente de 3,5 g/cm^3 o más, más preferentemente de 3,8 g/cm^3 o más. Cuando el polvo metálico tiene una densidad de polvo vibrado alta como se describe anteriormente, en el momento de obtener el polvo granulado, la propiedad de relleno entre partículas se incrementa particularmente. Por lo tanto, se puede obtener un cuerpo sinterizado particularmente denso usando el polvo granulado.

Además, el área de superficie específica del polvo metálico no está particularmente limitada, sin embargo, es preferentemente de 0,15 m^2/g o más, más preferentemente de 0,2 m^2/g o más, más preferentemente además de 0,3 m^2/g o más. Cuando el polvo metálico tiene un área de superficie específica grande como se describe anteriormente, se incrementa la actividad superficial (energía superficial), y por tanto, la sinterización se puede realizar fácilmente incluso si se aplica una energía menor. En consecuencia, se puede lograr la sinterización en un tiempo menor cuando se sinteriza el cuerpo verde. Como resultado, se puede obtener un cuerpo sinterizado denso incluso si el cuerpo verde

se somete a cocción a baja temperatura.

5 Se puede producir un polvo metálico de este tipo por cualquier procedimiento. Se puede usar un polvo metálico producido, por ejemplo, por un procedimiento de atomización (un procedimiento de atomización por agua, un procedimiento de atomización por gas, un procedimiento de atomización por agua con alta velocidad de rotación, etc.), un procedimiento de reducción, un procedimiento con carbonilo, un procedimiento de pulverización.

10 En particular, se usa preferentemente un polvo metálico producido por un procedimiento de atomización. Por el procedimiento de atomización, es posible producir eficazmente partículas metálicas con un diámetro de partícula promedio extremadamente pequeño, como se describe anteriormente. Además, es posible obtener partículas metálicas con un diámetro de partícula uniforme y una pequeña variación en el diámetro de partícula. En consecuencia, al usar un polvo metálico de este tipo, se puede evitar de forma fiable que se generen orificios de aire en el cuerpo sinterizado, y se puede mejorar la densidad.

15 Además, las partículas metálicas producidas por un procedimiento de atomización tienen una conformación esférica relativamente próxima a una esfera perfecta, y por tanto, tienen una dispersabilidad y fluidez excelentes en el aglutinante. Por lo tanto, cuando el polvo granulado se somete a cocción en un troquel de moldeo para llevar a cabo la compactación, se puede incrementar la extensión del llenado, y se puede obtener un cuerpo sinterizado denso.

20 Aglutinante orgánico

De acuerdo con la invención, como se describe anteriormente, el aglutinante orgánico contiene poli(alcohol vinílico) (PVA) o un derivado del mismo, una cera y un tensioactivo no iónico.

25 En el polvo granulado existente, no se pudo lograr una densidad aparente alta. Se considera que esto se debe a que la distancia entre partículas de un polvo metálico no se pudo reducir lo suficiente. En particular, cuando el diámetro de las partículas metálicas era pequeño, el polvo metálico era voluminoso, y la tendencia anterior era más prominente. Un polvo granulado de este tipo con una densidad aparente baja tenía el problema de que no se podía obtener una densidad de sinterización suficiente a menos que se sinterizara a temperatura alta.

30 Por otra parte, al usar el aglutinante orgánico mencionado anteriormente, cuando se mezclan la partícula metálica y el aglutinante orgánico y se granula la mezcla resultante para formar un polvo granulado, se incrementa la propiedad de ensamblaje de las partículas metálicas, y se puede obtener un polvo granulado con una densidad aparente alta.

35 En el polvo granulado densificado de este modo, se reduce suficientemente la distancia entre partículas metálicas, y por tanto, en el momento de realizar el desengrasado y la cocción, se completa la sinterización a una temperatura menor en un periodo de tiempo más corto. Por lo tanto, se puede usar un horno de cocción que no tenga una estructura resistente al calor especial, que sea relativamente económico, y tenga un coste bajo en funcionamiento, y se puede producir eficazmente un cuerpo sinterizado con una densidad alta.

40 El motivo por el que el polvo granulado de acuerdo con la invención presenta el efecto mencionado anteriormente se considera que es el siguiente.

45 En primer lugar, el poli(alcohol vinílico) es soluble en agua, y tiene una alta afinidad por las partículas metálicas. Se considera que esto se debe a que el poli(alcohol vinílico) tiene muchos grupos hidroxilo en su cadena molecular, lo que provoca una interacción derivada de un enlace de hidrógeno con los grupos hidroxilo expuestos sobre las superficies de las partículas metálicas. Debido a esta interacción, se considera que la distancia entre las partículas metálicas se reduce, y se potencian una densificación del polvo granulado y además, una densificación del cuerpo sinterizado.

50 Además, el poli(alcohol vinílico) se descompone rápidamente a una temperatura relativamente baja, y por tanto, apenas cumple la función de actuar como un factor inhibidor para la sinterización. Debido a esto, se considera que incluso si un cuerpo verde obtenido compactando el polvo granulado de acuerdo con la invención se somete a cocción a una temperatura baja, el aglutinante orgánico apenas permanece entre las partículas del polvo metálico, y se puede lograr la sinterización a una temperatura menor en un periodo de tiempo más corto.

55 Por otra parte, el poli(alcohol vinílico) tiene una plasticidad un poco baja, y por tanto apenas contribuye al reordenamiento del polvo granulado o a la propiedad de retención de la conformación del cuerpo verde.

60 En cambio, una cera tiene una plasticidad favorable y por tanto, puede impartir plasticidad al aglutinante orgánico. En consecuencia, se pueden incrementar el reordenamiento del polvo granulado, y la propiedad de retención de la conformación y la propiedad de liberación del cuerpo verde.

65 Además, se considera que la cera reduce la fricción en las superficies de las partículas del polvo metálico y puede incrementar la fluidez de las partículas del polvo granulado. Sin embargo, la cera está compuesta principalmente de un hidrocarburo saturado y, en general, no es soluble en agua y tiene una baja afinidad por el polvo metálico. Por otra parte, se considera que el tensioactivo no iónico cumple la función de incrementar la afinidad entre la cera y las

partículas metálicas interponiéndose entre ambas. Como resultado, se puede distribuir la cera para que cubra las superficies de las partículas metálicas, y la fluidez de las partículas del polvo granulado, y se considera que se incrementan la propiedad de retención de la conformación y la propiedad de liberación del cuerpo verde.

5 Además, se considera que el tensioactivo no iónico también tiene la función de incrementar la afinidad entre el poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo y la cera. Por ejemplo, puesto que el tensioactivo no iónico tiene un grupo hidroxilo en su cadena molecular, se considera que el tensioactivo no iónico entra entre las moléculas de poli(alcohol vinílico) y contribuye a la reducción de la distancia entre las moléculas de poli(alcohol vinílico). Debido a esto, los
10 respectivos componentes del aglutinante orgánico se pueden mezclar de forma uniforme, independientemente de la proporción de mezcla de los mismos, y se considera que el tensioactivo no iónico incrementa la dispersabilidad de las partículas metálicas y el aglutinante orgánico y contribuye además a la reducción de la distancia entre las partículas metálicas.

15 Por los motivos anteriores, el polvo granulado de acuerdo con la invención se vuelve denso y tiene una densidad aparente alta. Específicamente, la proporción de la densidad aparente (g/cm^3) del polvo granulado de acuerdo con la invención con respecto a la densidad real (g/cm^3) de las partículas metálicas se espera que sea preferentemente de un 20 % a un 50 %. Un polvo granulado de este tipo se sinteriza favorablemente aún cuando se somete a cocción a una temperatura relativamente baja y puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad alta. Por lo tanto, tiene la ventaja de que se puede usar un horno de cocción que no tenga una estructura resistente al calor especial, que sea
20 económico y que tenga un coste bajo en funcionamiento.

Dicho sea de paso, a medida que el polvo granulado se densifica hasta una extensión en la que la proporción de la densidad aparente entra dentro del intervalo anterior, la proporción de contracción en el momento de la sinterización disminuye en gran parte. Como resultado, la dimensión del cuerpo sinterizado apenas se desvía del valor objetivo, y se
25 puede incrementar la precisión dimensional del cuerpo sinterizado. Esto es, de acuerdo con la invención, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una precisión dimensional alta.

Como poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, se usa preferente uno con un peso molecular promedio en peso de desde aproximadamente 2000 a 200000, y se usa más preferentemente uno con un peso molecular promedio en peso de desde aproximadamente 5000 a 150000. El poli(alcohol vinílico) con un peso molecular promedio en peso de este tipo es el más adecuado como aglutinante orgánico en términos de viscosidad y capacidad para descomponerse
30 térmicamente. Esto es, dicho poli(alcohol vinílico) se puede unir a las partículas metálicas en el momento de la granulación y puede disgregarse en el momento de la compactación y la propiedad de retención de la conformación del cuerpo verde después de la compactación a un nivel alto. Como resultado, al usar el polvo granulado de acuerdo con la invención, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una densidad alta y precisión dimensional excelente.

Dicho sea de paso, el derivado de poli(alcohol vinílico) puede referirse a uno obtenido sustituyendo un átomo de hidrógeno unido a un átomo de carbono con cualquiera de los diversos grupos funcionales, y los ejemplos del grupo funcional incluyen un grupo alquilo, un grupo sililo y un grupo acrilato.
40

Por otra parte, los ejemplos de la cera incluyen ceras naturales y ceras sintéticas.

Los ejemplos de las ceras naturales incluyen ceras vegetales tales como cera de candelilla, cera de carnauba, cera de arroz, cera de Japón, y cera de jojoba, ceras de animales tales como cera de abejas, lanolina y cera de ballena; ceras
45 minerales tales como cera de montana, ozoquerita, y ceresina; y ceras de petróleo tales como cera de parafina, cera microcristalina y petrolato, y estas se pueden usar solas o en combinación de dos o más.

Además, los ejemplos de las ceras sintéticas incluyen hidrocarburos sintéticos tales como cera de polietileno; ceras modificadas tales como derivados de cera de montana, derivados de cera de parafina, y derivados de cera microcristalina; ceras hidrogenadas tales como aceite de ricino hidrogenado y derivados de aceite de ricino hidrogenado; ácidos grasos tales como ácido 12-hidroxisteárico; amidas de ácido tales como amida de ácido esteárico; y ésteres tales como imida de anhídrido ftálico, y estos se pueden usar solos o en combinación de dos o
50 más.

55 En la invención, entre las ceras anteriores, se usa preferentemente una cera mineral, una cera de petróleo o una cera modificada de las mismas. Al usar una cera de este tipo, se puede incrementar la fluidez de las partículas del polvo granulado, y por tanto, al final se puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización alta.

Además, en particular, al usar cera de montana o un derivado de la misma como cera mineral o una modificación de la misma, el aglutinante orgánico tiene una plasticidad óptima, y junto con la excelente fluidez impartida a las partículas del polvo granulado, se puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización mayor.
60

Además, en particular, al usar cera de parafina, cera microcristalina o un derivado de las mismas como cera de petróleo o una modificación de la misma, el aglutinante orgánico tiene además una plasticidad óptima, y junto con la excelente fluidez impartida a las partículas del polvo granulado, se puede producir un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización mayor.
65

Además, los ejemplos del tensioactivo no iónico incluyen tensioactivos no iónicos de tipo éster tales como ésteres de ácido graso y glicerol, ésteres de ácido graso y sorbitán, y ésteres de ácido graso y sacarosa; tensioactivos no iónicos de tipo éter tales como ésteres de polioxietilén-alquílicos, ésteres de polioxietilén-alquilfenílico, y polioxietilén-polioxipropilenglicol; tensioactivos no iónicos de tipo éster y éter obtenidos combinando los tensioactivos no iónicos de tipo éster y de tipo éter tales como ésteres de ácido graso y polioxietilén-sorbitán; y tensioactivos no iónicos de tipo alcalonamida de ácido graso, y estos se pueden usar solos o en combinación de dos o más.

Entre estos, se usa de forma particularmente preferente un éster de ácido graso y sorbitán. El éster de ácido graso y sorbitán es útil ya que es uno de los sacáridos y, por tanto, el éster de ácido graso y sorbitán tiene una seguridad biológica alta y puede incrementar además la afinidad entre las partículas metálicas y la cera.

La cantidad total de la cera y el tensioactivo no iónico es preferentemente de 0,01 a 1 parte en peso, más preferentemente de 0,02 a 0,5 partes en peso en base a 100 partes en peso de las partículas metálicas. Al añadir la cera y el tensioactivo no iónico en esta cantidad, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización particularmente alta.

Además, la proporción en peso de la cera con respecto a la del tensioactivo no iónico es preferentemente de 1:9 a 8:2, más preferentemente de 4:6 a 8:2. De acuerdo con esta configuración, se optimiza el equilibrio entre la cera y el tensioactivo no iónico, y el efecto mencionado anteriormente se hace más prominente.

El aglutinante orgánico que se va a usar en la invención contiene preferentemente un poliol, una amina orgánica, o similares, distintos de los componentes mencionados anteriormente.

Al añadir un poliol al aglutinante orgánico, el polvo granulado se puede densificar adicionalmente.

En un procedimiento de producción del polvo granulado mencionado anteriormente, una primera etapa puede comprender mezclar uniformemente poli(alcohol vinílico) o un derivado y un poliol entre sí, independientemente de la proporción de mezclado de ambos componentes. Esto se debe 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 del 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, el aglutinante orgánico mencionado anteriormente se descompone rápidamente a una temperatura relativamente baja, y por tanto, apenas cumple la función de actuar como un factor inhibidor para la sinterización. Debido a esto, se considera que el cuerpo verde obtenido compactando el polvo granulado de acuerdo con la invención se sinteriza a una temperatura menor en un tiempo más corto.

Además, se considera que estas moléculas de aglutinante orgánico atraen además a las partículas de las partículas metálicas por un enlace de hidrógeno. Esto se debe a que un grupo hidroxilo está expuesto en las superficies de las partículas del polvo metálico, y por 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 metálicas, de modo que se densifica el polvo granulado, y también se densifica el cuerpo sinterizado resultante.

Los ejemplos del poliol incluyen etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol, pentanodiol, hexanodiol, heptanodiol, dietilenglicol, dipropilenglicol y glicerol, y estos polioles se pueden usar solos o en combinación de dos o más.

Entre estos, el glicerol es particularmente preferente como poliol. Entre los polioles, el glicerol tiene un peso molecular relativamente pequeño y también tiene un contenido en grupos hidroxilo alto. Por lo tanto, el glicerol entra fácilmente entre las moléculas de polietilenglicol, y también el sitio que contribuye al enlace de hidrógeno mencionado anteriormente se incrementa, y por tanto el polvo granulado se densifica adicionalmente. Además, el glicerol tiene una viscosidad moderada, y por tanto, puede incrementar adicionalmente la propiedad de unión del polvo metálico en el momento de la granulación y la propiedad de retención de la conformación del cuerpo verde.

Un poliol de este tipo se añade en una cantidad de preferentemente desde 0,01 a 0,3 partes en peso, más preferentemente desde 0,01 a 0,2 partes en peso en base a 100 partes en peso del polvo metálico. Al añadir el poliol en esta cantidad, el polvo granulado se puede densificar particularmente.

Si la cantidad de adición del poliol es menor que el límite inferior mencionado anteriormente, la densidad del polvo granulado y también la densidad del cuerpo sinterizado puede disminuir. Si la cantidad de adición del poliol excede el límite superior mencionado anteriormente, la densidad del polvo granulado también puede disminuir, y se disminuye un fenómeno, denominado "fuerza de resorte", en el que se acumula tensión en el cuerpo verde durante la compactación del polvo y se libera la tensión residual después de la finalización de la compactación acompañada de una deformación. Por lo tanto, se puede disminuir la precisión dimensional del cuerpo sinterizado o se puede producir agrietamiento o similares.

Además, la cantidad del poliol es preferentemente de un 20 a un 150 % en peso, más preferentemente de un 30 a un

120 % en peso en base a la cantidad total de la cera y el tensioactivo no iónico. De acuerdo con esta configuración, se optimiza el equilibrio entre el poliol, y la cera y el tensioactivo no iónico.

5 Además, el aglutinante orgánico contiene preferentemente una amina orgánica o un derivado de la misma distinto de los componentes mencionados anteriormente. Al incorporar una amina orgánica o un derivado de la misma en el aglutinante orgánico, se puede incrementar 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 de forma espontánea sobre las superficies de las partículas metálicas, y por tanto, se puede reducir la fricción entre partículas. Como resultado, se incrementa la fluidez de un polvo metálico que comprende dichas partículas metálicas y se reduce la distancia entre las partículas. De esta manera, la amina orgánica contribuye a la densificación del polvo granulado. Además, la amina orgánica adsorbida sobre las superficies de las partículas reduce la probabilidad de contacto entre las partículas y el aire exterior, y por tanto, las partículas se pueden proteger del oxígeno, la humedad, y similares, y se puede incrementar la resistencia a la intemperie de las partículas.

15 Dicho sea de paso, se considera que la adsorción del grupo amino sobre las superficies de las partículas se debe 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 metálicas.

20 Los ejemplos de una amina orgánica de este tipo incluyen alquilaminas, cicloalquilaminas, alcanolaminas, alilaminas, arilaminas, alcoxiaminas, y derivados de las mencionadas anteriormente. Entre estas, en particular, se usa preferentemente al menos una de alquilaminas, cicloalquilaminas, alcanolaminas, y derivados de las mismas. Estas aminas contribuyen a la densificación adicional del polvo granulado.

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

Los ejemplos de la cicloalquilamina incluyen ciclohexilamina y dicitlohexilamina.

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

35 El derivado de una amina orgánica de este tipo no está particularmente limitado. Preferentemente, es un nitrito de una amina orgánica, un carboxilato de una amina orgánica, un cromato de una amina orgánica, o un acetato de una amina orgánica.

40 Una amina orgánica de este tipo se añade preferentemente en una cantidad de desde 0,001 a 5 partes en peso, más preferentemente desde 0,005 a 1 parte en peso en base a 100 partes en peso de las partículas metálicas. Al añadir la amina orgánica en esta cantidad, el polvo granulado se puede densificar adicionalmente y la resistencia a la intemperie del polvo granulado se puede incrementar adicionalmente.

45 Además, la cantidad de la amina orgánica es preferentemente de un 30 a un 200 % en peso, más preferentemente de un 50 a un 150 % en peso en base a la cantidad total de la cera y el tensioactivo no iónico. De acuerdo con esta configuración, se optimiza el equilibrio entre la amina orgánica, y la cera y el tensioactivo no iónico.

50 Las partículas metálicas que se usan en la invención se cubren preferentemente con una capa de recubrimiento compuesta de la amina orgánica mencionada anteriormente. De acuerdo con esta configuración, la probabilidad de contacto entre las partículas metálicas y el aire exterior se puede reducir de forma más fiable, y por tanto, la resistencia a la intemperie de las partículas se puede incrementar particularmente.

En este caso, el espesor promedio de la capa de recubrimiento es preferentemente de 3 nm a 3 µm, más preferentemente de 10 nm a 1 µm.

55 El aglutinante orgánico puede contener, por ejemplo, polivinilpirrolidona (PVP), ácido esteárico, etilen-bis(estearamida), un copolímero de etileno-vinilo, alginato de sodio, agar, goma arábiga, una resina, o sacarosa, distinto de los componentes mencionados anteriormente.

60 Además, al aglutinante orgánico, se puede añadir un aditivo tal como un éster del ácido ftálico (tal como DOP, DEP o DBP), un éster del ácido adípico, un éster del ácido trimelítico, o un éster del ácido sebáico, según sea necesario.

Además, como aditivo, se puede añadir un antioxidante, un acelerador de desengrasado, un tensioactivo, o similares, distinto de los componentes mencionados anteriormente.

65 El contenido total del poli(alcohol vinílico) o el derivado del mismo, la cera, y el tensioactivo no iónico en el aglutinante orgánico es preferentemente de un 90 % en peso o más, más preferentemente de un 95 % en peso o más en base al

peso total del aglutinante. Al permitir que el contenido del mismo entre dentro del intervalo anterior, la acción y el efecto mencionados anteriormente del aglutinante orgánico se presentan de forma más fiable y se puede obtener un polvo granulado con una densidad suficientemente alta.

5 Polvo granulado

El polvo granulado de acuerdo con la invención contiene las partículas metálicas y el aglutinante orgánico mencionados anteriormente. El contenido del aglutinante orgánico en el polvo granulado es preferentemente de un 0,1 a un 20 % en peso, más preferentemente de un 0,3 a un 10 % en peso en base al peso del polvo granulado. Al permitir el contenido que el aglutinante orgánico entre dentro del intervalo anterior, se puede lograr la unión entre las partículas metálicas y la densificación suficiente del polvo granulado. Además, al usar un polvo granulado de este tipo, se pueden mejorar la propiedad disgregante en el momento de la compactación y la propiedad de retención de la conformación del cuerpo verde después de la compactación. Como resultado, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una densidad alta y precisión dimensional excelente.

En el polvo granulado de acuerdo con la invención, como se describe anteriormente, se espera que la proporción de la densidad aparente del polvo granulado con respecto a la densidad real de las partículas metálicas sea de un 20 % a un 50 %. La densidad aparente del polvo granulado se refiere a la proporción masa:volumen del polvo granulado en un estado en el que el polvo se llena de forma natural, y se puede determinar de acuerdo con el procedimiento de prueba de la densidad aparente de polvos metálicos especificada en JIS Z 2504. Por otra parte, la densidad real de las partículas metálicas se refiere a una densidad real del material metálico que constituye las partículas metálicas.

Al usar el aglutinante orgánico como se describe anteriormente, se logra la densificación del polvo granulado, y se puede obtener el polvo granulado en el que la proporción de la densidad aparente con respecto a la densidad real del polvo metálico entra dentro del intervalo anterior. Un polvo granulado de este tipo puede formar un cuerpo verde con una densidad de moldeo alta cuando se moldea, y además puede formar un cuerpo sinterizado con una densidad de sinterización alta. Además, se puede reducir la proporción de contracción en el momento de la sinterización, y por tanto, se puede incrementar la precisión dimensional del cuerpo sinterizado.

La proporción de la densidad aparente del polvo granulado de acuerdo con la invención con respecto a la densidad real de las partículas metálicas es más preferentemente de un 25 % a un 45 %, además más preferentemente de un 30 % a un 40 %.

Además, la conformación de cada partícula del polvo granulado de acuerdo con la invención afecta en gran medida a la fluidez y a la propiedad de llenado. Desde este punto de vista, la conformación de cada partícula del polvo granulado es preferentemente una conformación próxima a una esfera perfecta.

Además, no sólo las partículas metálicas mencionadas anteriormente, sino también el polvo granulado de acuerdo con la invención se cubre preferentemente con una capa de recubrimiento compuesta de la amina orgánica mencionada anteriormente. De acuerdo con esta configuración, la probabilidad de contacto entre las partículas metálicas y el aire exterior se puede reducir de forma más fiable, y por tanto, la resistencia a la intemperie de las partículas se puede incrementar particularmente. Como resultado, se puede obtener un cuerpo sinterizado con una mayor densidad.

En este caso, el espesor promedio de la capa de recubrimiento es preferentemente de 3 nm a 3 µm, más preferentemente de 10 nm a 1 µm.

Procedimiento para producir polvo granulado

Posteriormente, se describirá un modo de realización del procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención.

A continuación en el presente documento, antes de la descripción del procedimiento para producir un polvo granulado, se describirá un granulador que se va a usar en este procedimiento de producción.

Las FIG. 1A y 1B son vistas esquemáticas que muestran una estructura de un granulador de tambor giratorio que se usa en el procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención:

La FIG. 1A es una vista en sección transversal vertical del granulador de tambor giratorio; y la FIG. 1B es una vista en sección transversal tomada a lo largo de la línea A-A de la FIG. 1A.

Un granulador de tambor giratorio 1 está provisto de un recipiente de tratamiento 10 para realizar la granulación, una pala 20 y un tornillo de cruz 30 están instalados en el recipiente de tratamiento 10, y una boquilla de pulverización 40.

Como se muestra en la FIG. 1A, el recipiente de tratamiento 10 tiene una parte inferior 11 y una parte de pared lateral 12 dispuesta verticalmente desde la parte inferior 11. La parte de pared lateral 12 tiene una conformación cónica (por ejemplo, una conformación de tubo troncocónico circular) en la que los diámetros interno y externo se incrementan

- 5 gradualmente desde la parte superior hasta la parte inferior. Puesto que el recipiente de tratamiento 10 (parte de pared lateral 12) tiene una conformación de este tipo, se puede formar una corriente de aire en el recipiente de tratamiento 10 de modo que un polvo que comprende partículas metálicas se recoge por la pala 20 en la periferia exterior del recipiente de tratamiento 10 y cae en el centro del recipiente de tratamiento 10. Como resultado, se puede tratar de forma uniforme el polvo, y por tanto, se puede producir eficazmente un polvo granulado con una distribución del tamaño de partícula estrecha.
- 10 Además, el recipiente de tratamiento 10 tiene una abertura en la parte superior, y una tapa 13 se une a la misma para cerrar la abertura.
- 15 La pala 20 tiene una parte de base 23, y tres paletas rotatorias 21, que están fijadas a la parte de base 23 en un extremo de la misma y están dispuestas de forma radial en intervalos aproximadamente iguales.
- 20 Además, en el centro de la parte inferior 11 del recipiente de tratamiento 10, está provisto un orificio pasante 110, y un árbol de accionamiento rotatorio 22 está insertado en este orificio pasante 110.
- 25 El extremo superior del árbol de accionamiento rotatorio 22 está fijado a la parte de base 23 y el extremo inferior del mismo está conectado a una fuente de accionamiento rotatorio (no mostrado). A continuación, el árbol de accionamiento rotatorio 22 se acciona de forma rotatoria en sentido directo e inverso por esta fuente de accionamiento rotatorio, haciendo rotar de este modo la pala 20.
- 30 Además, cada una de las paletas rotatorias 21 está fijada de forma inclinada con respecto al árbol de accionamiento rotatorio 22 de modo que esté inclinada hacia abajo hacia el lado frontal en el sentido de la rotación de la pala 20. De acuerdo con esta configuración, a medida que la pala 20 rota, se puede recoger eficazmente el polvo y se puede formar una corriente de aire, como se describe anteriormente.
- 35 En la parte de pared lateral 12 del recipiente de tratamiento 10, está provisto un orificio pasante 130, y un árbol de accionamiento rotatorio 31 está insertado en este orificio pasante 130.
- 40 Un extremo del árbol de accionamiento rotatorio 31 está fijado al tornillo de cruz 30, y el otro extremo del mismo está conectado a una fuente de accionamiento rotatorio (no mostrado). A continuación, el árbol de accionamiento rotatorio 31 se acciona de forma rotatoria en sentido directo e inverso por esta fuente de accionamiento rotatorio, haciendo rotar de este modo el tornillo de cruz 30.
- 45 La boquilla de pulverización 40 está provista de tal como que atraviesa la tapa 13 unida al recipiente de tratamiento 10, y un puerto de suministro está situado en el recipiente de tratamiento 10. De acuerdo con esta configuración, se puede pulverizar un disolvente en el recipiente de tratamiento 10. Al pulverizar un disolvente desde la boquilla de pulverización 40, se forma una corriente de aire descendente en la proximidad de la boquilla de pulverización 40.
- 50 Aquí, se describirá el funcionamiento del granulador de tambor giratorio 1 como se describe anteriormente, esto es, el procedimiento para producir un polvo granulado usando el granulador de tambor giratorio 1. El procedimiento para producir un polvo granulado usando el granulador de tambor giratorio 1 es un ejemplo del procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención, y es lógico que el procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención no esté limitado al mismo.
- 55 Posteriormente, se describirá el procedimiento para producir un polvo granulado.
- 60 El procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con este modo de realización incluye permitir que las partículas metálicas giren y/o fluyan mientras que se suministra una solución de un aglutinante orgánico (una solución de aglutinante), granulando de este modo las partículas metálicas.
- 65 En primer lugar, se alimenta un polvo metálico en el interior del recipiente de tratamiento 10 del granulador de tambor giratorio 1, como se describe anteriormente. A continuación, al agitar el polvo metálico con la pala 20, se permite que el polvo metálico gire y/o fluya.
- Simultáneamente con esto, la solución de aglutinante se pulveriza desde la boquilla de pulverización 40. La solución de aglutinante en forma de nebulización humedece el polvo metálico y también une las partículas metálicas del polvo metálico. Como resultado, el polvo metálico se granula, de este modo se obtiene un polvo granulado 80. Este polvo granulado 80 se mueve gradualmente (gira) hacia la periferia exterior (hacia la parte de pared lateral 12) del recipiente de tratamiento 10 a medida que la pala 20 rota y también se lanza hacia arriba por las paletas rotatorias 21. El polvo granulado 80 recogido cae en el centro del recipiente de tratamiento 10 y se permite que se haga girar de nuevo pala 20. Cuando se repite una serie de procedimientos tal como se describe anteriormente, el polvo granulado queda conformado apropiadamente, de este modo se forma el polvo granulado 80 con una conformación próxima a una esfera perfecta. En consecuencia, se puede obtener un polvo granulado denso en el que la distancia entre las partículas metálicas comprimidas es corta.

Además, en un procedimiento de granulación de este tipo, cuando las partículas durante la granulación entran en contacto con el tornillo de cruz rotatorio 30, las partículas con un diámetro de partícula grande (partículas en las que el grado del procedimiento de granulación es alto) se trituran. Al realizar esto, se evita una granulación excesiva, y se controla la distribución del tamaño de partícula del polvo granulado para que sea estrecha.

5 La solución de aglutinante se puede suministrar por cualquier procedimiento, por ejemplo, situando la solución de aglutinante en el recipiente de tratamiento 10 con antelación, etc., sin embargo, es preferente que la solución de aglutinante se pulverice desde la parte superior, como se muestra en la FIG. 1A. Al realizar esto, la cantidad correcta de la solución de aglutinante se suministra uniformemente al polvo granulado 80 que recoge la pala 20, y por tanto, la conformación y el tamaño del polvo granulado 80 se pueden hacer uniformes. En particular, al permitir que el polvo granulado 80 entre en contacto con la solución de aglutinante mientras está flotando en el aire, toda la superficie de las partículas del polvo granulado 80 se humedece uniformemente, y por tanto, la uniformidad se vuelve más prominente. Como resultado, se puede obtener un polvo granulado 80 con una distribución del tamaño de partícula uniforme.

15 Los ejemplos del disolvente que se va a usar en la solución de aglutinante incluyen disolventes inorgánicos tales como agua, disulfuro de carbono y tetracloruro de carbono; y disolventes orgánicos incluyendo disolventes a base de cetona tales como metiletilcetona (MEK), acetona, dietilcetona, metilisobutilcetona (MIBK), metilisopropilcetona (MIPK), ciclohexanona, 3-heptanona, y 4-heptanona; disolventes a base de alcohol tales como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, i-butanol, t-butanol, 3-metil-1-butanol, 1-pentanol, 2-pentanol, n-hexanol, ciclohexanol, 20 1-heptanol, 1-octanol, 2-octanol, 2-metoxietanol, alcohol alílico, alcohol furfúrico, y fenol; disolventes a base de éter tales como éter dietílico, éter dipropílico, éter diisopropílico, éter dibutílico, 1,2-dimetoxietano (DME), 1,4-dioxano, tetrahidrofurano (THF), tetrahidropirano (THP), anisol, éter dimetílico de dietilenglicol (diglima), y 2-metoxietanol; disolventes a base de celosolve tales como metilcelosolve, etilcelosolve, y fenilcelosolve; disolventes a base de hidrocarburo alifático tales como hexano, pentano, heptano, ciclohexano, metilciclohexano, octano, didecano, 25 metilciclohexeno, e isopreno; disolventes a base de hidrocarburo aromático tales como tolueno, xileno, benceno, etilbenceno, y naftaleno; disolventes a base de compuesto heterocíclico tales como piridina, pirazina, furano, pirrol, tiofeno, 1-metilpiridina, 3-metilpiridina, 4-metilpiridina, y alcohol furfúrico; disolventes a base de amida tales como N,N-dimetilformamida (DMF) y N,N-dimetilacetoamida (DMA); disolventes a base de compuesto de halógeno tales como diclorometano, cloroformo, 1,2-dicloroetano, tricloroetileno, y clorobenceno, disolventes a base de 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 a base de amina tales como trimetilamina, hexilamina, trietilamina, y anilina; disolventes a base de nitrilo tales como acrilonitrilo y acetonitrilo; disolventes a base de grupo nitro tales como nitrometano y nitroetano; y disolventes a base de aldehído tales como acetoaldehído, 35 propionaldehído, butilaldehído, pentanal, y acrilaldehído. Estos se pueden usar solos o en una mezcla de dos o más.

El número de rotaciones por unidad de tiempo (a continuación en el presente documento denominado simplemente "velocidad de rotación") de la pala 20 no está particularmente limitado siempre que se garantice al menos que se hace girar el polvo granulado 80. Sin embargo, por ejemplo, es preferentemente de aproximadamente 50 a 500 rpm, más preferentemente de aproximadamente 100 a 300 rpm. Cuando la velocidad de rotación de la pala 20 entra dentro del intervalo anterior, se puede permitir que el polvo granulado 80 gire eficazmente y se pueda realizar eficazmente la granulación. Además, se obtiene un estado moderadamente consolidado, y por tanto, se puede obtener un polvo granulado con una mayor densidad aparente. Como resultado, se puede obtener polvo granulado 80 que es más denso y tiene una distribución del tamaño de partícula particularmente estrecha.

45 Por otra parte, si la velocidad de rotación de la pala 20 es menor que el límite inferior anterior, el giro o la recogida del polvo granulado 80 es insuficiente, lo que puede provocar una granulación irregular. Además, la consolidación puede ser insuficiente y se puede formar un polvo granulado 80 con una densidad aparente baja, y también se puede formar polvo granulado 80 que no tenga una conformación esférica pero con una conformación irregular con baja fluidez. Por otra parte, si la velocidad de rotación de la pala 20 excede el límite superior anterior, las partículas granuladas se pueden triturar más de lo necesario por la pala 20.

Además, el número de rotaciones por unidad de tiempo del tornillo de cruz 30 en el momento de granulación no está particularmente limitado, sin embargo, es preferentemente de aproximadamente 50 a 3500 rpm, más preferentemente de aproximadamente 100 a 3000 rpm. De acuerdo con esta configuración, las partículas con un diámetro de partícula grande se pueden triturar mientras se evite un triturado excesivo de las partículas de modo que el diámetro de partícula se pueda hacer uniforme.

60 Además, la tasa de suministro de la solución de aglutinante no está particularmente limitada, sin embargo, por ejemplo, es preferente de 20 a 1000 g/min, más preferentemente de 30 e 800 g/min, además más preferentemente de 50 a 600 g/min. Cuando la tasa de suministro de la solución de aglutinante entra dentro del intervalo anterior, la unión (granulación) del polvo metálico por la solución de aglutinante se realiza uniformemente y la distribución del tamaño de partícula del polvo granulado resultante se puede hacer más estrecha.

65 Sin embargo, si la tasa de suministro de la solución de aglutinante es menor que el límite inferior anterior, puede provocar una granulación irregular. Por otra parte, si la tasa de suministro de la solución de aglutinante excede el límite

superior anterior, la granulación puede llevarse a cabo de forma excesiva. Como resultado, el polvo granulado resultante puede tener una distribución del tamaño de partícula amplia.

Además, la concentración del aglutinante orgánico en la solución de aglutinante es preferentemente de un 0,5 a un 20 % en peso, más preferentemente de un 1 a un 15 % en peso, además preferentemente de un 2 a un 10 % en peso.

El tiempo de tratamiento (tiempo de agitación) para la granulación no está particularmente limitado, sin embargo, es preferentemente de 1 a 90 minutos, más preferentemente de 2 a 85 minutos, además más preferentemente de 3 a 80 minutos. De acuerdo con esta configuración, se puede evitar que permanezca polvo metálico sin granular, y la distribución del tamaño de partícula del polvo granulado resultante se puede hacer 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 sin granular, etc.). Por otra parte, si el tiempo de tratamiento para la granulación excede el límite superior anterior, si se aplica directamente un disolvente a un polvo con un diámetro de partícula relativamente grande (un trozo de polvo que no se hace girar ni fluir) provoca una granulación irregular.

Además, se puede pulverizar un disolvente que puede disolver (suministrar) el aglutinante orgánico al polvo granulado según sea necesario. De acuerdo con esta configuración, se puede formar el polvo granulado con una conformación y tamaño más uniformes.

El polvo granulado se puede formar como se describe anteriormente.

Se puede usar una técnica seleccionada de un procedimiento de granulación con tambor giratorio, un procedimiento de granulación con lecho fluidizado, y un procedimiento de granulación con lecho fluidizado y tambor giratorio, (de los que todos son ejemplos del procedimiento de granulación descrito anteriormente). Sin embargo, el procedimiento de granulación no está limitado a estos, y también se puede usar un procedimiento de secado por pulverización o similares.

Además, el uso del polvo granulado de acuerdo con la invención no está particularmente limitado. Sin embargo, se puede usar preferentemente en, por ejemplo, la producción de un cuerpo verde contiene el polvo granulado, en particular la producción de un cuerpo sinterizado obtenido sinterizando el cuerpo verde que contiene el polvo granulado.

Procedimiento para producir cuerpo sinterizado

A continuación en el presente documento, se describirá un ejemplo del procedimiento para producir un cuerpo sinterizado.

Moldeo

En primer lugar, el polvo granulado de acuerdo con la invención como se describe anteriormente se moldea usando una máquina de compactación por prensado, en la que se produce un cuerpo verde con una conformación y dimensión deseadas. El propio polvo granulado de acuerdo con la invención es denso y tiene una propiedad de llenado alta. Por lo tanto, se puede producir un cuerpo verde con una densidad alta, y al final se puede obtener un cuerpo sinterizado con una densidad alta y una proporción de contracción baja.

La conformación y dimensión del cuerpo verde que se va a producir se determinan previendo una contracción debido a los posteriores tratamientos de desengrasado y sinterización. Además, el procedimiento de moldeo no está limitado a la compresión por prensado, y se pueden emplear moldeo por compresión, moldeo por inyección, o similares.

Tratamiento de desengrasado

El cuerpo verde obtenido en la etapa de moldeo mencionada anteriormente se somete a un tratamiento de desengrasado (tratamiento de retirada de aglutinante), del que se obtiene un cuerpo desengrasado. El tratamiento de desengrasado no está particularmente limitado, sin embargo, se puede realizar por un tratamiento térmico en una atmósfera no oxidativa, por ejemplo, a vacío o a una presión reducida (por ejemplo, de 1×10^{-1} a 1×10^{-6} Torr), o en un gas tal como nitrógeno, argón, hidrógeno, o amoníaco disociado. En este caso, la condición para el tratamiento térmico varía ligeramente dependiendo de la temperatura de iniciación de la descomposición del aglutinante orgánico o similares, sin embargo, el tratamiento térmico se realiza preferentemente a una temperatura de aproximadamente 100 °C a 750 °C durante aproximadamente de 0,5 a 40 horas, más preferentemente se realiza a una temperatura de aproximadamente 150 °C a 700 °C durante aproximadamente de 1 a 24 horas.

Además, el desengrasado por un tratamiento térmico de este tipo se puede realizar dividiéndolo en una pluralidad de etapas (fases) para diversos propósitos, por ejemplo, para el propósito de reducir el tiempo de desengrasado, etc.). En este caso, por ejemplo, un procedimiento en el que el desengrasado se realiza a una temperatura baja en la primera mitad y a una temperatura alta en la última mitad, se puede usar un procedimiento en el que el desengrasado a una

temperatura baja y el desengrasado a una temperatura alta se repiten alternativamente, o similares.

Dicho sea de paso, no es necesario retirar por completo el aglutinante orgánico por el tratamiento de desengrasado, y por ejemplo, una parte del mismo pueden permanecer en el momento de la finalización del tratamiento de desengrasado.

Cocción

El cuerpo desengrasado obtenido en el tratamiento de desengrasado mencionado anteriormente se somete a cocción en un horno de cocción para efectuar la sinterización, de este modo se obtiene un cuerpo sinterizado deseado. Por esta cocción, el polvo metálico que constituye el polvo granulado se dispersa para provocar el crecimiento del grano, y se puede obtener un cuerpo sinterizado que es denso en su conjunto, en otras palabras, tiene una densidad alta y una porosidad baja.

La temperatura de cocción en el momento de la cocción puede variar dependiendo, por ejemplo, de la composición del polvo granulado. Sin embargo, por ejemplo, en el caso de usar un polvo de aleación a base de Fe, la temperatura de cocción es preferentemente de 900 °C o mayor pero menor de 1200 °C, más preferentemente de 1000 °C a 1170 °C. Cuando la temperatura de cocción entra dentro del intervalo anterior, se puede producir eficazmente un cuerpo sinterizado usando un horno de cocción que no tenga una estructura resistente al calor especial, que sea relativamente económico y tenga un coste bajo en funcionamiento. Dicho sea de paso, si la temperatura de cocción es menor que el límite inferior anterior, no se puede lograr de forma suficiente la sinterización del polvo metálico, y se puede incrementar la porosidad del cuerpo sinterizado finalmente obtenido, y por tanto, no se puede obtener una resistencia mecánica suficiente. Por otra parte, si la temperatura de cocción excede el límite superior anterior, se necesita un horno de cocción que tenga una estructura resistente al calor especial, y por tanto, se reduce la facilidad de la cocción.

El tiempo de cocción (es decir, el tiempo para el que se mantiene la temperatura de cocción máxima durante la cocción) es preferentemente de aproximadamente 0,5 a 8 horas, más preferentemente de aproximadamente 0,75 a 5 horas.

La atmósfera de cocción no está particularmente limitada. Sin embargo, es preferente una atmósfera a presión reducida (vacío) o una atmósfera no oxidativa. De acuerdo con esta configuración, se puede evitar el deterioro de las propiedades debido a la oxidación metálica. Una atmósfera de cocción preferente es una atmósfera de presión reducida (vacío) a 1 Torr o menos (más preferentemente a de 1×10^{-2} a 1×10^{-6} Torr), una atmósfera de gas inerte de nitrógeno, argón, o similares a de 1 a 760 Torr, o una atmósfera de gas hidrógeno a de 1 a 760 Torr.

La atmósfera de cocción puede cambiar en el transcurso de la cocción. Por ejemplo, la atmósfera de cocción inicial se establece a una atmósfera de presión reducida (vacío) a de 1×10^{-2} a 1×10^{-6} Torr, lo que se puede cambiar a una atmósfera de gas inerte como se describe anteriormente en el transcurso de la cocción.

Además, la cocción se puede realizar en dos o más fases. Por ejemplo, se pueden realizar una primera cocción y una segunda cocción, en las que las condiciones de cocción son diferentes de modo que la temperatura de cocción en la segunda cocción se establece que sea mayor que en la primera cocción.

El cuerpo sinterizado así obtenido se puede usar para cualquier propósito, por ejemplo, como varias partes de máquina.

La densidad relativa del cuerpo sinterizado así obtenido varía dependiendo, por ejemplo, del uso del mismo. Sin embargo, por ejemplo, se espera que sea de más de un 93 %, preferentemente un 94 % o más. Un cuerpo sinterizado de este tipo tiene una propiedad mecánica particularmente excelente. Además, al usar el polvo granulado de acuerdo con la invención, incluso si se somete a cocción a temperatura baja, se puede producir eficazmente un cuerpo sinterizado de este tipo con una propiedad mecánica excelente.

Anteriormente en el presente documento, la invención se describe en base a modos de realización preferentes, sin embargo, la invención no está limitada a los mismos.

Por ejemplo, en el procedimiento para producir un polvo granulado, se puede añadir una etapa adicional según sea necesario.

Además, el dispositivo que se va a usar en el procedimiento para producir un polvo granulado de acuerdo con la invención no está limitado al descrito en el modo de realización anterior. Por ejemplo, en el modo de realización anterior, se describe el caso en el que se usa un granulador de tambor giratorio, sin embargo, se puede usar un granulador de lecho fluidizado que realice la granulación por medio de una acción fluidizante, un granulador de lecho fluidizado y tambor giratorio que realice la granulación por medio de una acción giratoria y fluidizante, un aparato de secado por pulverización que realice un secado por pulverización, o similares.

Ejemplos

1. Producción de polvo granulado

5 Ejemplo 1

1) En primer lugar, como polvo de material de partida, se preparó un polvo de aleación de Ni-Fe al 2 % (densidad real: 7,827 g/cm³, fabricado por Epson Atmix Corporation) con un diámetro de partícula promedio de 6 µm producido por un procedimiento de atomización por agua. La composición del Ni-Fe al 2 % es como sigue: C: de un 0,4 a un 0,6 % en masa, Si: de un 0,35 % en masa o menos, Mn: de un 0,8 % en masa o menos, P: de un 0,03 % en masa o menos, S: de un 0,045 % en masa o menos, Ni: de un 1,5 a un 2,5 % en masa, Cr: 0,2 % en masa o menos, y Fe: resto. 2) Como aglutinante orgánico, se prepararon poli(alcohol vinílico), cera de montana, y un éster de ácido graso y sorbitán. Como disolvente, se preparó agua sometida a intercambio iónico. Las cantidades de los respectivos componentes del aglutinante orgánico, es decir, poli(alcohol vinílico), cera de montana, y un éster de ácido graso y sorbitán se establecieron a 0,8 partes en peso, 0,04 partes en peso, y 0,01 partes en peso en base a 100 partes en peso del polvo metálico, respectivamente. La cantidad de disolvente se estableció a 50 g por gramo del aglutinante orgánico.

La mezcla resultante se enfrió a temperatura ambiente, de este modo se preparó una solución de aglutinante.

20 3) Posteriormente, el polvo de material de partida se situó en un recipiente de tratamiento de un granulador de tambor giratorio (VG-25, fabricado por Powrex Corporation). Después, se permitió que el polvo de material de partida se hiciera girar bajo la siguiente condición establecida a continuación mientras que se pulverizaba la solución de aglutinante desde una boquilla de pulverización del granulador de tambor giratorio. Al realizar esto, se obtuvo un polvo granulado con un diámetro de partícula promedio de 75 µm.

25

Condición de giro

Velocidad de giro de pala: 200 rpm

30

Velocidad de rotación de tornillo de cruz: 2500 rpm

Tasa de suministro de solución de aglutinante: 200 g/min

35

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 cambiaron las composiciones y las cantidades de la cera y el tensioactivo no iónico como se muestra en la tabla 1, respectivamente.

40

Ejemplos 10 a 12

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque las cantidades de la cera y el tensioactivo no iónico se cambiaron como se muestra en la tabla 1, y se añadió una amina orgánica mostrada en la tabla 1 al aglutinante orgánico, respectivamente.

45

Ejemplo 13

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque las cantidades de la cera y el tensioactivo no iónico se cambiaron como se muestra en la tabla 1, y se usó un polvo de aleación de Ni-Fe al 2 % con un diámetro de partícula promedio de 6 µm y cubierto con una capa de recubrimiento fabricada de una amina orgánica como polvo de material de partida.

50

Ejemplo 14

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque las cantidades de la cera y el tensioactivo no iónico se cambiaron como se muestra en la tabla 1, y la composición del polvo metálico se cambió a SUS-316L (densidad real: 7,98 g/cm³).

55

Ejemplos 15 a 28

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en los ejemplos 1 a 14, respectivamente, excepto porque se añadió glicerol en una cantidad mostrada en la tabla 2, se añadió a cada uno de los aglutinantes orgánicos en los ejemplos 1 a 14.

65

Ejemplo 29 a 36

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 10 excepto porque las cantidades del tensioactivo no iónico y la amina orgánica se cambiaron como se muestra en la tabla 3, respectivamente.

5

Ejemplos comparativos 1 a 3

Se obtuvieron polvos granulados de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque el aglutinante orgánico se preparó usando sólo poli(alcohol vinílico) (se omitió la adición de la cera y el tensioactivo no iónico) y la cantidad del mismo se cambió como se muestra en la tabla 1, respectivamente.

10

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).

15

Ejemplo comparativo 5

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1 excepto porque se añadió adicionalmente cera de montana (como la cera) al aglutinante orgánico.

20

Ejemplo comparativo 6

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1 excepto porque se añadió adicionalmente un éster de ácido graso y sorbitán (como el tensioactivo no iónico) al aglutinante orgánico.

25

Ejemplo comparativo 7

Se obtuvo un polvo granulado de la misma manera que en el ejemplo 14 excepto porque el aglutinante orgánico se preparó usando sólo poli(alcohol vinílico) (se omitió la adición de la cera y el tensioactivo no iónico) y la cantidad del mismo se estableció como se muestra en la tabla 1.

30

2. Evaluación del polvo granulado

35

2.1 Evaluación de la densidad aparente

Se midió la densidad aparente de cada uno de los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos y ejemplos comparativos. A continuación, se calculó la proporción de los mismos con respecto a la densidad real de cada polvo metálico.

40

2.2 Evaluación de la densidad de moldeo

Cada uno de los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos y ejemplos comparativos se moldeó bajo la siguiente condición de moldeo.

45

Condición de moldeo

Procedimiento de moldeo: procedimiento de compactación con prensado

50

Conformación de moldeo: cubo con un lado de 20 mm

Presión de compactación: 600 MPa (6 t/cm²)

55

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

2.3 Evaluación de la densidad de sinterización

60

Posteriormente, se desengrasó el cuerpo moldeado obtenido (cuerpo verde) bajo la siguiente condición de desengrasado.

Condición de desengrasado

65

Temperatura de desengrasado: 600 °C

Tiempo de desengrasado: 1 hora

Atmósfera de desengrasado: atmósfera de gas hidrógeno

5 Posteriormente, se sometió a cocción el cuerpo desengrasado obtenido bajo la siguiente condición de cocción, de este modo se obtuvo un cuerpo sinterizado.

Condición de cocción

10 Temperatura de cocción: 1150 °C

Tiempo de cocción: 3 horas

Atmósfera de cocción: atmósfera de Ar a presión reducida

15 Presión atmosférica: 1,3 kPa (10 Torr)

20 Posteriormente, se midió la densidad del cuerpo sinterizado obtenido por un procedimiento de acuerdo con el procedimiento de Arquímedes especificado en JIS Z 2501. Además, 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

25 Posteriormente, se midió la dimensión de anchura del cuerpo sinterizado obtenido usando un micrómetro. Después, se realizó la evaluación para determinar las medidas de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación basados en "Permissible Deviations in Widths Without Tolerance" especificados en JIS B 0411 (Desviaciones permisibles en las dimensiones sin indicación de tolerancia productos sinterizados metálicos).

30 Dicho sea de paso, la anchura del cuerpo sinterizado se refiere a la dimensión en dirección ortogonal con respecto a la dirección de compresión en el momento de la compactación con prensado.

Criterios de evaluación

A: El grado es fino (la tolerancia es $\pm 0,1$ mm o menos)

35 B: El grado es medio (la tolerancia excede de $\pm 0,1$ mm pero es de $\pm 0,2$ mm o menos)

C: El grado es grueso (la tolerancia excede de $\pm 0,2$ mm pero es de $\pm 0,5$ mm o menos)

D Fuera de la tolerancia permisible

40 A continuación en el presente documento, en las tablas 1 a 3 se muestran los resultados de los puntos de evaluación descritos en 2.1 a 2.4.

Tabla 1

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico										Resultados de evaluación				
		Poli(alcohol vinílico)		Cera		Tensioactivo no iónico		Poliol		Amina orgánica		Proporción de densidad aparente a densidad	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
		Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso					
	100 partes en peso															
Ejemplo 1	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,04	Éster de ácido graso y sorbitán	0,01	-	-	-	-	30,1	6,480	7,43	94,9	B
Ejemplo 2	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,07	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	-	-	35,4	6,520	7,48	95,6	A
Ejemplo 3	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,14	Éster de ácido graso y sorbitán	0,06	-	-	-	-	34,8	6,515	7,47	95,4	A
Ejemplo 4	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,18	Éster de ácido graso y sorbitán	0,12	-	-	-	-	34,7	6,510	7,47	95,4	A
Ejemplo 5	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,31	Éster de ácido graso y sorbitán	0,19	-	-	-	-	29,8	6,470	7,42	94,8	B
Ejemplo 6	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,69	Éster de ácido graso y sorbitán	0,31	-	-	-	-	29,5	6,460	7,41	94,7	B
Ejemplo 7	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de parafina	0,05	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	34,5	6,510	7,47	95,4	A
Ejemplo 8	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera microcristalina	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	34,2	6,505	7,46	95,3	A
Ejemplo 9	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	30,3	6,485	7,44	95,1	A
Ejemplo 10	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	Derivado de alquilamina	36,7	6,636	7,49	95,7	A

Tabla 1 (cont.)

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico										Resultados de evaluación				
		Polí(alcohol vinílico)		Cera		Tensioactivo no iónico		Poliol		Amina orgánica		Proporción de densidad aparente a densidad real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
		Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso					
	100 partes en peso															
Ejemplo 11	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	Derivado de cicloalquilamina	0,1	6,525	7,49	95,6	A	-
Ejemplo 12	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	Derivado de alcanolamina	0,1	6,520	7,48	95,6	A	-
Ejemplo 13	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	Capa de recubrimiento (derivado de alquilamina)	-	6,530	7,48	95,6	A	-
Ejemplo 14	SUS-316L	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	-	7,78	97,5	A	-
Ejemplo comparativo 1	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	6,450	7,40	94,5	C	-
Ejemplo comparativo 2	2 % Ni-Fe	PVA	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	6,470	6,95	88,8	D	-
Ejemplo comparativo 3	2 % Ni-Fe	PVA	3,5	-	-	-	-	-	-	-	-	6,140	6,54	83,6	D	-
Ejemplo comparativo 4	2 % Ni-Fe	PVP	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	6,270	7,10	90,7	D	-
Ejemplo comparativo 5	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,12	-	-	-	-	-	-	6,410	7,35	93,9	D	-
Ejemplo comparativo 6	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	6,450	7,40	94,5	D	-
Ejemplo comparativo 7	SUS-316L	PVA	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	7,45	93,4	C	-

5 Como es evidente a partir de la tabla 1, se confirmó que cada uno de los cuerpos moldeados (cuerpos verdes) y los cuerpos sinterizados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos tiene una densidad alta. En particular, se reveló que la densidad de moldeo y la densidad de sinterización se puede incrementar específicamente usando cera de montana como cera, usando un éster de ácido graso y sorbitán como tensioactivo no iónico, optimizando el contenido total de la cera y el tensioactivo no iónico, añadiendo una amina orgánica, y así sucesivamente.

10 La FIG. 2 es un gráfico que muestra la distribución de los cuerpos moldeados (cuerpos verdes) obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos y el ejemplo comparativo 1, representando eje horizontal la cantidad de adición total de la cera y el tensioactivo no iónico, y representando eje vertical una densidad de moldeo. Dicho sea de paso, en el gráfico, los respectivos ejemplos se indican en cuadrado negros, y el ejemplo comparativo 1 está indicado con un cuadrado blanco.

15 A partir de la FIG. 2, se confirmó que la densidad de moldeo se puede incrementar particularmente cuando la cantidad de adición total de la cera y el tensioactivo no iónico entra dentro de un intervalo de 0,01 a 1 parte en peso en base a 100 partes en peso del polvo metálico.

20 Además, también se confirmó que los cuerpos sinterizados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos tienen una precisión dimensional excelente. Por otra parte, al usar el polvo granulado obtenido en el ejemplo comparativo 1, se obtuvo un cuerpo sinterizado cambiando la temperatura de cocción de 1150 °C a 1250 °C. La densidad de sinterización del cuerpo sinterizado resultante fue de 7,41 g/cm³, lo que era equivalente con la del cuerpo sinterizado obtenido usando el polvo granulado obtenido en el ejemplo 1. A partir de este resultado, se reveló que de acuerdo con la invención, un polvo granulado se puede sinterizar de forma favorable incluso a una temperatura relativamente baja usando un horno de cocción que se usa ampliamente y que es económico.

25

Tabla 2

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico										Resultados de evaluación				
		Poli(alcohol vinílico)		Cera		Tensioactivo no iónico		Poliol		Amina orgánica		Proporción de densidad aparente a densidad real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
		Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso					
	100 partes en peso															
Ejemplo 15	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,01	-	-	31,2	6,530	7,49	95,7	A
Ejemplo 16	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	-	-	36,2	6,530	7,49	95,7	A
Ejemplo 17	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,10	-	-	35,3	6,510	7,47	95,4	A
Ejemplo 18	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,30	-	-	35,0	5,460	7,41	94,7	B
Ejemplo 19	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,50	-	-	30,4	6,420	7,36	94,0	B
Ejemplo 20	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,70	-	-	29,8	6,410	7,35	93,9	8
Ejemplo 21	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de parafina	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,01	-	-	35,1	6,535	7,49	95,7	A
Ejemplo 22	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera microcristalina	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	-	-	35,0	6,520	7,48	95,6	A
Ejemplo 23	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	-	-	31,2	6,495	7,45	95,2	A
Ejemplo 24	2% Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	Derivado de alquilamina	0,1	37,1	6,575	7,54	96,3	A

Tabla 2 (cont.)

	Polvo metálico	Aglutinante orgánico										Resultados de evaluación				
		Poli(alcohol vinílico)		Cera		Tensioactivo no iónico		Poliol		Amina orgánica		Proporción de densidad aparente a densidad real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
		Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso					
	100 partes en peso															
Ejemplo 25	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	Derivado de cicloalquilamina	0,1	36,7	6,555	7,52	96,1	A
Ejemplo 26	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	Derivado de alcanolamina	0,1	36,2	6,540	7,50	95,8	A
Ejemplo 27	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05	Capa de recubrimiento (derivado de alquilamina)	-	37,4	6,560	7,52	96,1	A
Ejemplo 28	SUS-316L	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	Glicerol	0,05			32,5	-	7,80	97,7	A
Ejemplo comparativo 1	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	17,2	6,450	7,40	94,5	C
Ejemplo comparativo 2	2 % Ni-Fe	PVA	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	54,1	6,470	6,95	88,8	D
Ejemplo comparativo 3	2 % Ni-Fe	PVA	3,5	-	-	-	-	-	-	-	-	18,2	6,140	6,54	83,6	D
Ejemplo comparativo 4	2 % Ni-Fe	PVP	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	16,3	6,270	7,10	90,7	D
Ejemplo comparativo 5	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,12	-	-	-	-	-	-	15,2	6,410	7,35	93,9	D
Ejemplo comparativo 6	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	19,6	6,450	7,40	94,5	D
Ejemplo comparativo 7	SUS-316L	PVA	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	18,7	-	7,45	93,4	C

Como es evidente a partir de la tabla 2, se confirmó que cada uno de los cuerpos moldeados (cuerpos verdes) y los cuerpos sinterizados obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos tiene una densidad alta. En particular, se confirmó que la densificación se potencia adicionalmente añadiendo glicerol al aglutinante orgánico en una cantidad dada en comparación con el caso en el que no se añade glicerol.

5 La FIG. 3 es un gráfico que muestra la distribución de los cuerpos moldeados (cuerpos verdes) obtenidos usando los polvos granulados obtenidos en los respectivos ejemplos y el ejemplo comparativo 1, representando eje horizontal la cantidad de adición del poliol y representando eje vertical la densidad de moldeo. En el gráfico, los respectivos ejemplos se indican en cuadrado negros, y el ejemplo comparativo 1 está indicado con un cuadrado blanco.

10 A partir de la FIG. 3, se confirmó que la densidad de moldeo se puede incrementar particularmente cuando la cantidad de adición del poliol entra dentro de un intervalo de 0,01 a 0,3 partes en peso en base a 100 partes en peso del polvo metálico.

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

20 Dicho sea de paso, se produjeron cuerpos moldeados (cuerpos verdes) y cuerpos sinterizados de la misma manera usando los polvos granulados obtenidos de la misma manera que en los ejemplos 15 a 17, respectivamente, excepto porque el glicerol se cambió por propilenglicol, y se evaluó de la misma manera. Como resultado, aunque la densidad fue equivalente o disminuyó en aproximadamente de un 2 % a un 5 % en comparación con el caso de uso de los correspondientes polvos granulados de los ejemplos 15 a 17, se obtuvieron resultados de evaluación favorables.

Tabla 3

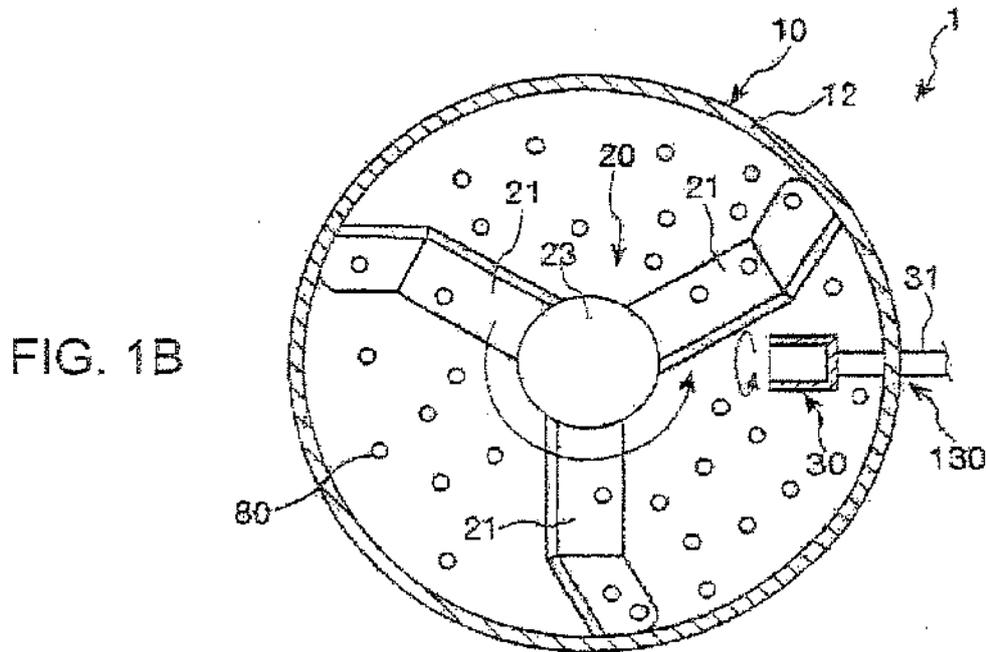
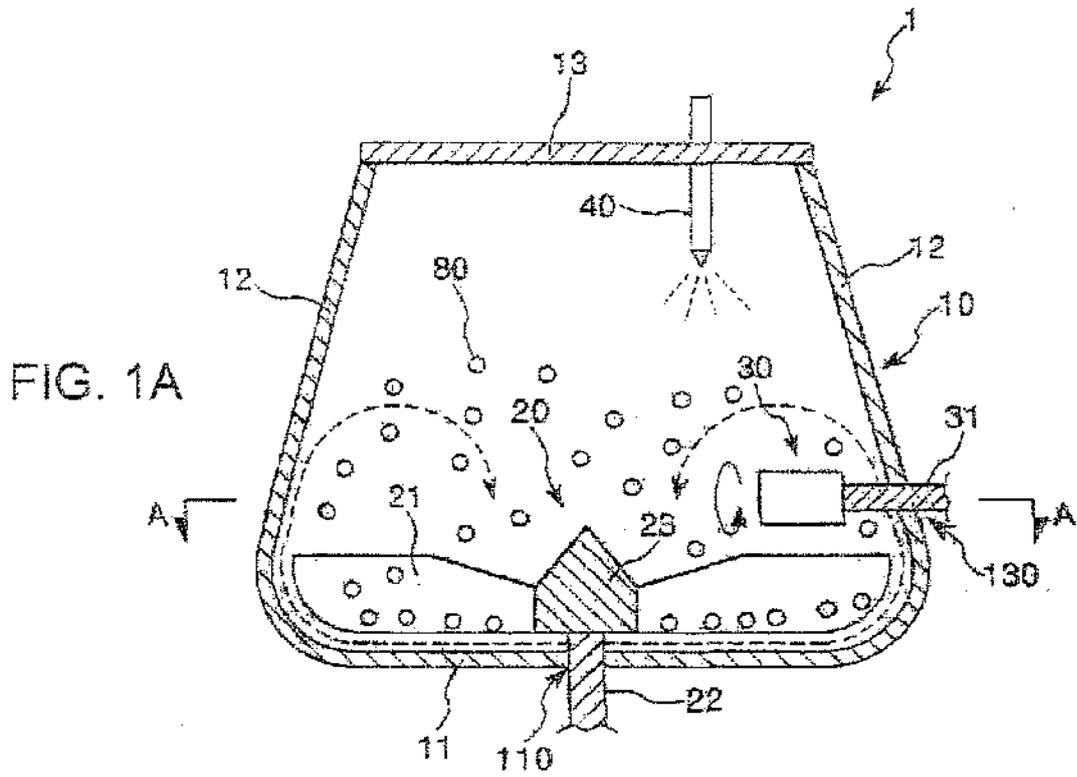
	Polvo metálico	Aglutinante orgánico						Resultados de evaluación								
		Poli(alcohol vinílico)		Cera		Tensioactivo no iónico		Poliol		Amina orgánica		Proporción de densidad aparente a densidad real	Densidad de moldeo	Densidad de sinterización	Densidad relativa	Precisión dimensional
		Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso	Composición	Partes en peso					
Ejemplo 29	100 partes en peso 2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,03	35,6	6,500	7,46	95,3	B
Ejemplo 30	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,04	35,8	6,520	7,48	95,6	A
Ejemplo 31	2 % Ni-Fe	- PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,05	38,0	6,525	7,48	95,6	A
Ejemplo 32	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,08	36,4	6,530	7,49	95,7	A
Ejemplo 33	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,1	36,9	6,535	7,50	95,8	A
Ejemplo 34	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,15	36,1	6,525	7,47	95,4	A
Ejemplo 35	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,2	35,4	6,515	7,44	95,1	A
Ejemplo 36	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,08	Éster de ácido graso y sorbitán	0,03	-	-	Derivado de alquilamina	0,25	35,1	6,495	7,43	94,9	B
Ejemplo comparativo 1	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	17,2	6,450	7,40	94,5	C
Ejemplo comparativo 2	2 % Ni-Fe	PVA	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	54,1	6,470	6,95	88,8	D
Ejemplo comparativo 3	2 % Ni-Fe	PVA	3,5	-	-	-	-	-	-	-	-	18,2	6,140	6,54	83,6	D
Ejemplo comparativo 4	2 % Ni-Fe	PVP	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	16,3	6,270	7,10	90,7	D
Ejemplo comparativo 5	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	Cera de montana	0,12	-	-	-	-	-	-	15,2	6,410	7,35	93,9	D
Ejemplo comparativo 6	2 % Ni-Fe	PVA	0,8	-	-	Éster de ácido graso y sorbitán	0,02	-	-	-	-	19,6	6,450	7,40	94,5	D
Ejemplo comparativo 7	SUS-316L	PVA	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	18,7	-	7,45	93,4	C

Como es evidente a partir de la tabla 3, se reveló que la densidad de moldeo y la densidad de sinterización se pueden incrementar específicamente optimizando la cantidad de adición de la amina orgánica que se va a añadir al aglutinante orgánico.

5

REIVINDICACIONES

- 5 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 (i) poli(alcohol vinílico) o un derivado del mismo, (ii) una cera, y (iii) un tensioactivo no iónico.
2. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que una cantidad total de (i) la cera y (ii) el tensioactivo no iónico varía de 0,01 a 1 parte en peso en base a 100 partes en peso de las partículas metálicas.
- 10 3. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la cera es una cera mineral, una cera de petróleo, o una cera modificada de las mismas.
- 15 4. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la cera mineral es cera de montana o un derivado de la misma.
5. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la cera de petróleo es cera de parafina, cera microcristalina, o un derivado de las mismas.
- 20 6. El polvo granulado de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que el tensioactivo no iónico es éster de ácido graso y sorbitán.
7. El polvo granulado de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que el aglutinante orgánico contiene además un poliol.
- 25 8. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 7, en el que una cantidad del poliol varía de 0,01 partes en peso o más pero menos de 0,3 partes en peso en base a 100 partes en peso de las partículas metálicas.
9. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 7 o la reivindicación 8, en el que el poliol es glicerol.
- 30 10. El polvo granulado de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que el aglutinante orgánico contiene además una amina orgánica.
- 35 11. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 10, en el que una cantidad de la amina orgánica varía de un 30 a un 200 % en peso en base a la cantidad total de la cera y el tensioactivo no iónico.
12. El polvo granulado de acuerdo con la reivindicación 10 o la reivindicación 11, en el que la amina orgánica es al menos una de una alquilamina, una cicloalquilamina, una alcanolamina, y un derivado de las mismas.
- 40 13. El polvo granulado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10-12, en el que cada una de la pluralidad de las partículas metálicas está cubierta con una capa de recubrimiento que comprende la amina orgánica.
- 45 14. Un procedimiento para producir un polvo granulado como se define en cualquier reivindicación precedente, comprendiendo el procedimiento:
 proporcionar un polvo metálico;
 mientras se hace girar o fluir el polvo metálico, suministrar simultáneamente una solución de un aglutinante orgánico al polvo metálico,
 en el que el aglutinante orgánico contiene:
 poli(alcohol vinílico), una cera y un tensioactivo no iónico, de este modo,
 50 para granular el polvo metálico.
- 55 15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, en el que la solución del aglutinante orgánico es suministrada por pulverización.



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

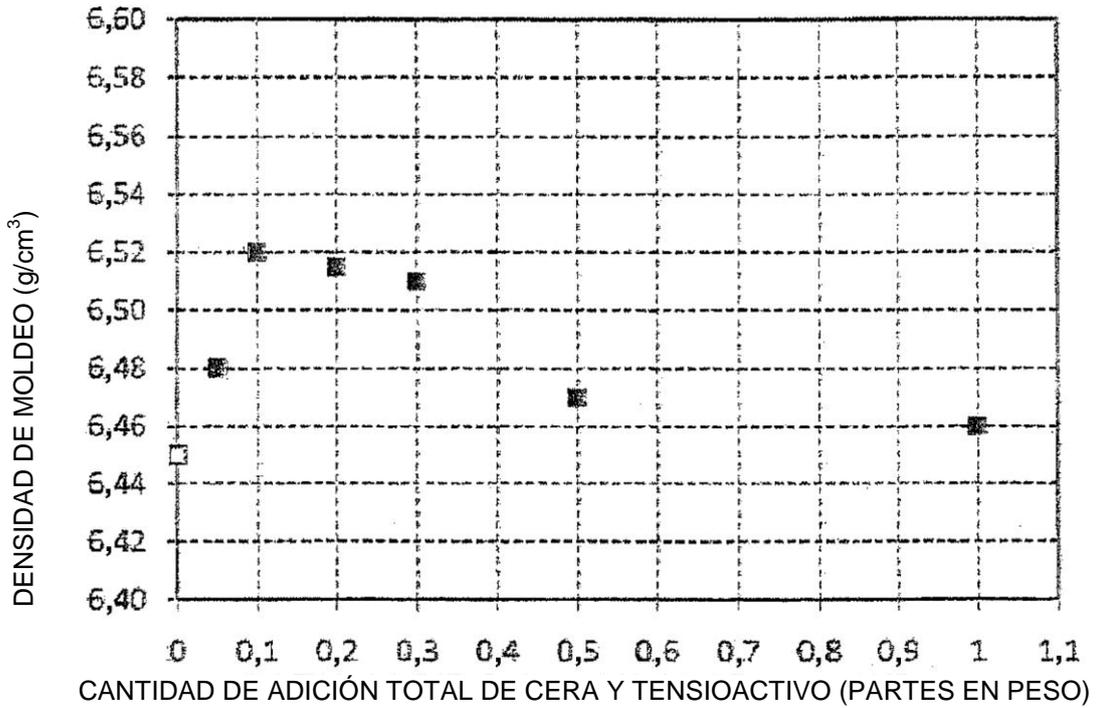


FIG. 2

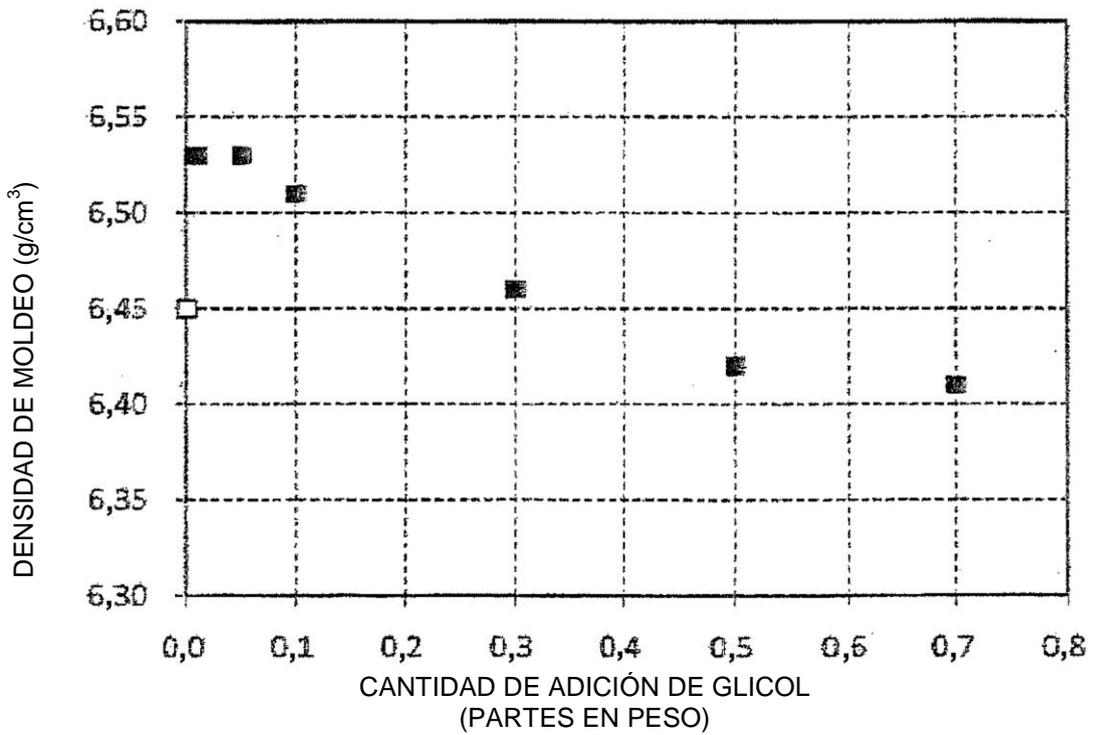


FIG. 3