

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 548 802**

51 Int. Cl.:

H01F 1/26 (2006.01)

H01F 1/33 (2006.01)

H01F 41/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.10.2002 E 02770286 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.07.2015 EP 1447824**

54 Título: **Método de producción de un material compuesto magnético**

30 Prioridad:

29.10.2001 JP 2001330744

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.10.2015

73 Titular/es:

SUMITOMO ELECTRIC SINTERED ALLOY, LTD.
(100.0%)

No. 2901, Oaza-Nariwa, Nariwa-cho Kawakami-
gun

Okayama 716-0192, JP

72 Inventor/es:

SHIMADA, YOSHIYUKI;

OYAMA, HITOSHI y

NISHIOKA, TAKAO

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 548 802 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

Método de producción de un material compuesto magnético

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un material compuesto magnético y a un método de fabricación del mismo. Especialmente, la presente invención se refiere a un material compuesto magnético que incluye partículas magnéticas de un material compuesto que tiene partículas metálicas magnéticas y una capa de revestimiento que comprende un óxido metálico, y un método de fabricación del mismo.

Técnica anterior

Como reflejo del reciente refuerzo del control ambiental global, varios fabricantes de automóviles están realizando un desarrollo positivo de la reducción de la contaminación producida por los escapes así como la reducción en el consumo de combustible. En los motores convencionales, la transición desde mecanismos de control mecánico a mecanismos de control electrónico está actualmente en curso, creando demanda de materiales magnéticos de rendimiento mejorado y menor tamaño como la base del componente central de mecanismo de control. Especialmente, están en curso investigaciones sobre materiales que tienen elevadas propiedades magnéticas en el intervalo de media a alta frecuencia para controlar con mayor precisión y menor necesidad de potencia.

Para disponer de elevadas propiedades magnéticas en el intervalo de media a alta frecuencia, un material debe tener una altamente saturada, elevada densidad de flujo magnético, elevada permeabilidad magnética y una elevada resistividad magnética. Los materiales magnéticos metálicos que tienen una densidad de flujo magnético y permeabilidad magnética elevadas tienen por lo general una baja resistividad eléctrica (10^{-6} a 10^{-4} n cm). Por tanto, la pérdida de sobre corriente en el intervalo de media a alta frecuencia es grande. Por tanto, la propiedad magnética se deteriora, ofreciendo dificultades en su uso como elemento individual.

Los materiales magnéticos de óxido metálico son conocidos por tener una resistividad eléctrica ($1 \cdot 10^8$ Ω cm) superior a la de los materiales magnéticos metálicos, mostrando menores pérdidas de sobrecorriente en el intervalo de media a alta frecuencia. El deterioro de la propiedad magnética es pequeño. Sin embargo, la aplicación está restringida porque la densidad de flujo magnético saturado es de 1/3 a 1/2 de la densidad de flujo magnético saturado del material metálico magnético.

A la vista de lo anterior, se han propuesto materiales compuestos magnéticos que tengan una elevada densidad de flujo magnético saturado, elevada permeabilidad magnética y elevada resistividad eléctrica, componiendo un material metálico magnético con un material de óxido metálico magnético para compensar las respectivas desventajas.

Por ejemplo, la publicación nacional de patente japonesa N° 10-503807 describe un método para formar un material compuesto magnético uniendo una pluralidad de partículas de compuesto magnético que tengan un revestimiento de ácido fosfórico-hierro aplicado a la superficie de polvo de hierro con una resina orgánica tal como éter de polifenileno o polieterimida y un oligómero de tipo amida.

En el caso en el que se emplee un material compuesto magnético en el mecanismo de control de un motor de automóvil, se necesitan no solamente las propiedades magnéticas anteriormente mencionadas, sino también resistencia térmica a la vista de la elevada temperatura del motor. Sin embargo, el material compuesto magnético de la publicación anteriormente descrita tiene una resina orgánica que se reblandece a elevada temperatura, de forma que las partículas de quedan unidas por una resina orgánica de baja resistencia térmica tal como éter de polifenileno o polieterimida y un oligómero de tipo amida. Como resultado, la fuerza de unión entre las partículas de compuesto magnético adyacentes se reduce dando como resultado una reducción en la fuerza del material compuesto magnético.

A la vista de los problemas anteriormente descritos, un objeto de la presente invención es proporcionar un material compuesto magnético de elevada resistencia térmica. El documento WO 00/30835 se refiere a partículas pulverulentas de base metálica templables y los métodos para preparar y usar las mismas.

Divulgación de la invención

Los inventores de la presente invención han dedicado sus esfuerzos de investigación a la técnica de mejorar la resistencia térmica de un material compuesto magnético, y han descubierto que la resistencia de un material compuesto magnético se puede mejorar estableciendo una temperatura de resistencia térmica de larga duración para la resina orgánica que une las partículas de compuesto magnético a al menos 200 °C y estableciendo la tasa de la resina orgánica a más del 0 % en masa sin superar el 0,2 % en masa. En la presente memoria descriptiva, "temperatura de resistencia térmica de larga duración" es la temperatura de resistencia térmica definida por la norma UL (Underwriters Laboratories) 746B, usada como medida del límite de resistencia térmica cuando la propiedad

- dinámica se deteriora al aplicar un tratamiento térmico durante un periodo de tiempo prolongado a gravedad cero. Específicamente, indica la temperatura a la que propiedades como la resistencia a la tracción y la resistencia al impacto a temperatura ambiente se reduce a la mitad cuando se aplica un tratamiento térmico en el aire durante 100,000 horas. Para estimar la temperatura de resistencia térmica de larga duración, se aplicó la gráfica de Arrhenius de un ensayo acelerado a alta temperatura. Los inventores también han descubierto que la denominada lubricación de la pared del molde de aplicar por adelantado un material de lubricación sobre la superficie de una matriz utilizada para conformar un compacto es eficaz en el método de fabricación de dicho material compuesto magnético.
- 5
- 10 Un método de fabricación de un material compuesto magnético de la presente invención basado en los hallazgos anteriores está de acuerdo con la reivindicación 1.
- La introducción de un polvo o de un polvo mixto en una matriz que tiene un lubricante aplicado en su superficie para compactar es lo que se denomina a partir de ahora en el presente documento "compactación con lubricación de la pared de la matriz". Mediante el uso de la compactación con lubricación de la pared de la matriz, ya no es necesario mezclar un lubricante con la mezcla de polvo para evitar las convulsiones del molde. De esta forma, la compresibilidad de la mezcla de polvo mejora para permitir una densidad de compactación mayor.
- 15
- 20 La temperatura de la matriz es preferentemente al menos 70 °C y no es superior a 150 °C. Si esta temperatura es inferior a 70 °C, la adherencia del lubricante aplicado a la superficie de la matriz es baja. Existe la posibilidad de que el lubricante gotee desde la superficie de la matriz junto con la mezcla de polvo durante la etapa de alimentación del polvo. Su la temperatura supera 150 °C, el lubricante se fundirá para reducir el efecto de lubricación. Existe la posibilidad de que la matriz tenga convulsiones durante la compactación.
- 25 La expresión "compactación en caliente" usada en el presente documento implica el método de compactar para reducir la tensión a la rotura y mejorar la compresibilidad del polvo o mezcla de polvo calentando el polvo o la mezcla de polvo.
- 30 El uso junto con la compactación con lubricación de la pared de la matriz anteriormente mencionada permite una densidad de compactación mayor. La temperatura de calentamiento del polvo o mezcla de polvo es preferentemente de al menos 70 °C y no superior a 150 °C. Si esta temperatura está por debajo de 70 °C, la reducción entre la tensión a la rotura del polvo o mezcla de polvo y la mejora en la compresibilidad son pequeñas. Si la temperatura supera 150 °C, el polvo o la mezcla de polvo se oxidarán, apareciendo el problema de que no se puede mantener la calidad de las características del producto.
- 35
- 40 De acuerdo con un método de fabricación de un material compuesto magnético de la presente invención que incluye las etapas anteriormente descritas, una pluralidad de partículas de compuesto magnético se unen entre sí mediante una resina orgánica que tiene una temperatura de resistencia térmica de larga duración de al menos 200 °C. Por tanto, la resina orgánica no se reblandecerá incluso a alta temperatura. Como resultado, la resistencia térmica del material compuesto magnético se puede mejorar porque la resistencia de unión entre partículas magnéticas se mantiene. Si la relación entre la relación de la resina orgánica supera el 0,2 % en masa, el efecto de aplicación de resistencia causado por el apilamiento de las partículas de compuesto magnético se reduce. Esto no es deseable ya que la resistencia a la rotura transversal a alta temperatura se degrada. También, el uso de la lubricación de la pared de la matriz es ventajoso porque muy poca cantidad de lubricante, si se utiliza algo, debe combinarse con la mezcla de polvo. En comparación con el método convencional de combinar un lubricante con la mezcla de polvo, se permite una elevada densidad. Se puede mejorar la resistencia de unión tanto de la resina orgánica como del efecto de aplicación de resistencia provocado por el apilamiento entre las partículas de compuesto magnético. De esta forma, se puede proporcionar un material compuesto magnético con mayor resistencia a la rotura transversal en condiciones de alta temperatura y que tenga una elevada densidad de flujo magnético.
- 45
- 50
- 55 Preferentemente, la etapa de preparar la mezcla de polvo incluye a etapa de preparar una mezcla de polvo que tiene una relación entre la resina orgánica y las partículas de compuesto magnético configuradas para al menos 0,01 % en masa y no superior al 0,15 % en masa. Puesto que la cantidad del contenido de la resina orgánica se define adicionalmente, se puede proporcionar un material compuesto magnético de elevada resistividad eléctrica, resistencia a la rotura transversal, y densidad de flujo magnético. Si la relación de la resina orgánica es inferior al 0,01 % en masa, se establece un contacto directo entre las partículas de compuesto magnético, dando como resultado una menor resistividad eléctrica. Si la relación de la resina orgánica supera el 0,15 % en masa, la resistencia a la rotura transversal y la densidad de flujo magnético se degradarán.
- 60
- 65 Preferentemente, la etapa de formar un compacto incluye la etapa de compactar en caliente la mezcla de polvo a la temperatura de al menos 70 °C y no superior a 150 °C. Si esta temperatura durante la etapa de compactación en caliente es inferior a 70 °C, la densidad del compacto se degradará dando como resultado una densidad de flujo magnético inferior. Si la temperatura de la etapa de compactación en caliente supera 150 °C, existe la posibilidad de oxidación de las partículas metálicas magnéticas.

También preferentemente, la etapa de preparar la mezcla de polvo incluye la etapa de preparar una mezcla de polvo que incluye una resina orgánica, una partícula de compuesto magnético, y un lubricante.

5 También preferentemente, la etapa de preparar la mezcla de polvo incluye la etapa de preparar una mezcla de polvo que incluye una resina orgánica, y una partícula de compuesto magnético en la que el resto de la mezcla de polvo está compuesto por impurezas inevitables.

10 En la presente invención, la resina orgánica está formada por una poliéter éter cetona (PEEK). En un ejemplo de referencia, la resina orgánica incluye al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en resina plástica térmica que incluye un grupo cetona, una resina de nitrilo de poliéter termoplástico, resina termoplástica de poliamidaimida, resina termoplástica de poliadmidaimida, resina termoplástica de poliimida, resina termoendurecible de poliimida, una resina de poliarilato, y una resina que incluye flúor.

15 Como resina termoplástica que incluye un grupo cetona, se pueden citar poliéter éter cetona (PEEK, temperatura de resistencia térmica de larga duración 260 °C), poliéter cetona cetona (PEKK, temperatura de resistencia térmica de larga duración 240 °C), poliéter cetona (PEK, temperatura de resistencia térmica de larga duración 220 °C), y policetona sulfuro (PKS, temperatura de resistencia térmica de larga duración 210-240 °C).

20 Como poliamidaimida termoplástica, se pueden citar TORLON (nombre comercial) disponible de AMOCO Corporation (temperatura de resistencia térmica de larga duración 230 °C-250 °C) o TI5000 (nombre comercial) disponible de Toray (temperatura de resistencia térmica de larga duración al menos 250 °C).

25 Como poliacrilato, se puede citar Econol (nombre comercial) (temperatura de resistencia térmica de larga duración 240 °C-260 °C).

Como poliamidaimida termoendurecible, se puede citar TI1000 (nombre comercial) disponible de Toray (temperatura de resistencia térmica de larga duración 230 °C).

30 Como resina que incluye flúor, se puede citar politetrafluoroetileno (PTFE, temperatura de resistencia térmica de larga duración 260 °C), copolímero de tetrafluoroetileno-perfluoro alquil vinil éter (PFA, temperatura de resistencia térmica de larga duración 260 °C), y copolímero de tetrafluoroetileno-hexa fluoropropileno (FEP, temperatura de resistencia térmica de larga duración 200 °C).

35 Preferentemente, el espesor de la capa de revestimiento es al menos de 0,005 µm y no superior a 20 µm. Si este espesor es inferior a 0,005 µm, será difícil obtener aislamiento a través de la capa de revestimiento. Si el espesor de la capa de revestimiento supera los 20 µm, la relación volumétrica entre el óxido metálico o la sustancia magnética de óxido metálico con respecto a la unidad de volumen aumenta. Será difícil conseguir una densidad de flujo magnético saturada predeterminada. Es especialmente preferible configurar el espesor de la capa de revestimiento a un mínimo de 0,01 µm y no superior a 5 µm.

40 Preferentemente, se puede utilizar una sustancia magnética para el óxido metálico. La sustancia magnética incluye al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en magnetita (Fe₂O₃) manganeso (Mn) ferrita de cinc (Zn), ferrita de níquel (Ni)-cinc (Zn), ferrita de cobalto (Co), ferrita de manganeso (Mn), ferrita de níquel (Ni), ferrita de cobre (Cu), ferrita de magnesio (Mg), ferrita de litio (Li), ferrita de manganeso (Mn)-magnesio (Mg), ferrita de cobre (Cu)-cinc (Zn) y ferrita de magnesio (Mg)-cinc (Zn).

45 Preferentemente, el óxido metálico incluye partículas magnéticas de óxido metálico. La partícula magnética de óxido metálico tiene un tamaño de grano promedio de al menos 0,005 µm y no superior a 5 µm. Si este tamaño de grano promedio de la partícula magnética de óxido metálico es inferior a 0,005 µm, la producción de una partícula magnética de óxido metálico será difícil. Si el tamaño de grano promedio de la partícula magnética de óxido metálico supera 5 µm, será difícil conseguir que el espesor de película de la película de revestimiento sea uniforme. Es especialmente preferible configurar el tamaño de grano promedio de la partícula magnética de óxido metálico como mínimo a 0,5 µm y como máximo 2 µm. En la presente memoria descriptiva, "tamaño de grano promedio" implica que el tamaño de grano de una partícula que tiene la suma de la masa de las partículas desde el tamaño de grano menor constituye el 50 % de la masa total, en el histograma del tamaño de grano medido mediante el método de tamizado, es decir el 50 % del tamaño de grano de D50.

50 La partícula magnética de óxido metálico no está especialmente limitada, siempre que tenga un magnetismo dulce y una resistividad eléctrica de al menos 10⁻³ Ω cm. Se pueden utilizar los diferentes tipos anteriormente mencionados de ferrita magnética dulce o nitruro de hierro, Es especialmente preferible la ferrita de manganeso-cinc o la ferrita de níquel-cinc- que tiene una elevada densidad de flujo magnético saturado. Se puede emplear uno o más tipos de estas ferritas.

65 Preferentemente, el óxido metálico se forma a partir de un óxido que incluye fósforo (P) y hierro (Fe). El uso de este tipo de óxido metálico es ventajoso porque se puede proporcionar una capa de revestimiento más fina para cubrir la

superficie de la partícula metálica magnética. De acuerdo con ello, la densidad del material compuesto magnético se puede aumentar para permitir la mejora de la propiedad magnética.

5 Preferentemente, el tamaño de grano promedio de la partícula metálica magnética es de al menos 5 μm y no superior a 200 μm . Si este tamaño de grano promedio de la partícula metálica magnética es inferior a 5 μm , la propiedad magnética se deteriora fácilmente debido a la oxidación del metal. Si el tamaño de grano promedio de la partícula metálica magnética supera 200 μm , la compresibilidad de la etapa de compactación se degradará para dar como resultado una reducción en la densidad del compacto. De acuerdo con ello, será más difícil manipular el compacto.

10 Preferentemente, la partícula metálica magnética incluye al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en hierro (Fe), aleación de hierro (Fe)-sílice (Si), aleación de hierro (Fe)-nitrógeno (N), aleación de hierro (Fe)-níquel (Ni), aleación de hierro (Fe)-carbono (C), aleación de hierro (Fe)-boro (B), aleación de hierro (Fe)-cobalto (Co), aleación de hierro (Fe)-fósforo (P), aleación de hierro (Fe)-níquel (Ni)-cobalto (Co), y aleación de hierro (Fe)-aluminio (Al)-sílice (Si). Se pueden usar uno o más de los tipos anteriores. El material de la partícula metálica magnética no está especialmente limitado y puede ser una unidad de metal individual o una aleación siempre que sea un metal magnético dulce.

20 Preferentemente, la densidad de flujo magnético B es de al menos 15 kG cuando se aplica un campo magnético de al menos 12000 A/m, la resistividad eléctrica es de al menos $10^{-3} \Omega \text{ cm}$ y no superior a $10^2 \Omega \text{ cm}$, y la resistencia a la rotura transversal de al menos 10 MPa a la temperatura de 200 °C.

25 Es deseable que la relación entre el óxido metálico y las partículas metálicas magnéticas sea de al menos 0,2 % y no superior a 30 % en relación en masa. Específicamente, es deseable que la (relación en masa de óxido metálico)/(relación másica de la partícula metálica magnética) es de al menos 0,2 % y no superior a 30 %. Si esta relación es inferior a 0,2 %, la resistividad eléctrica se reducirá para inducir la reducción de la propiedad corriente magnética alternante. Si la relación supera el 30 %, la relación del óxido metálico o material magnético de óxido metálico aumenta para inducir la reducción de la densidad de flujo magnético saturado. Más preferentemente, la relación del óxido metálico o la sustancia magnética de óxido metálico a las partículas metálicas magnéticas es de al menos 0,4 % y no superior a 10 % en relación en masa.

35 El material compuesto magnético de la presente invención que tiene a la vez elevadas propiedades magnéticas y elevada resistencia térmica se puede utilizar en componentes electrónicos tales como bobinas de choque, interruptores en elementos de suministro y cabezales magnéticos, diferentes componentes del motor, solenoides para automóviles, diferentes sensores magnéticos, diferentes válvulas solenoides, y similares. El material compuesto magnético incluye una pluralidad de partículas de compuesto magnético unidas entre sí mediante una resina orgánica. La partícula de compuesto magnético incluye una partícula metálica magnética, y una capa de revestimiento que comprende un óxido metálico, unido a la superficie de la partícula metálica magnética. La resina orgánica tiene una temperatura de resistencia térmica de larga duración de al menos 200 °C. La relación entre la resina orgánica y las partículas de compuesto magnético supera el 0 % en masa y no es superior al 0,2 % en masa. Preferentemente, la relación entre la resina orgánica y las partículas de compuesto magnético es de al menos 0,01 % en masa y no es superior a 0,15 % en masa.

45 **Breve descripción del dibujo**

La Fig. 1 es una vista en sección de la muestra 2

Mejores formas de realizar la invención

50 Primera realización

Como partículas de compuesto magnético, se preparó Somaloy (nombre comercial) disponible de Heganes Corporation. La partícula tiene una capa de revestimiento formada de óxido metálico que incluye fósforo y hierro aplicado sobre la superficie de polvo de hierro como partícula metálica magnética. El tamaño de grano promedio de la partícula de compuesto magnético no es superior a 150 Ωm . El espesor promedio de la capa de revestimiento es de 20 nm.

60 Las partículas de poliéter éter cetona se prepararon con una relación en masa de 0,01 %, 0,10 %, 0,15 %, 0,20 %, 0,30 %, 1,00 %, y 3,00 % a las partículas de compuesto magnético.

Estas se combinaron en un molino de bolas para producir una mezcla de polvo. El método de combinación no está especialmente limitado. Por ejemplo, se pueden usar aleación metálica, molino de bolas con oscilación, molino de bolas orbital, mecanofusión, método de precipitación simultánea, deposición química de vapor (CVD), deposición física de vapor (PVD), chapado, pulverización catódica, deposición de vapor, método sol-gel y similares.

65

La mezcla de polvo se introdujo en una matriz. La compactación se realizó para obtener un compacto. Como método de compactación, se usó la compactación mediante la lubricación de la pared de la matriz para compactación. Como lubricante, se usó ácido esteárico, jabón metálico, cera basada en amida, resina termoplástica, polietileno, o similar. En la presente realización se usó el jabón metálico.

5 Se formó un compacto con una temperatura de matriz de 130 °C, temperatura de la mezcla de polvo a 130 °C, y presión del molde de 78 MPa. La temperatura de la matriz se puede ajustar en el intervalo de 70 °C a 150 °C, la temperatura de la mezcla de polvo en el intervalo de 70 °C a 150 °C, y presión de compactación en el intervalo de 39 MPa a 98 MPa.

10 También, se obtuvo un compacto compactando una muestra que incluye solamente partículas de compuesto magnético, ausencia de partículas de poliéter éter cetona, mediante lubricación de la pared de la matriz.

15 El compacto se sometió a tratamiento térmico (templado) a la temperatura de 420 °C en gas nitrógeno ambiente. De acuerdo con ello, la poliéter éter cetona se reblandeció para permear en el interior de la interfase entre la pluralidad de partículas de compuesto magnético, en la que las partículas de compuesto magnético están unidas entre sí, dando como resultado un sólido. El compacto ausente de poliéter éter cetona también se sometió a tratamiento térmico para conseguir un sólido.

20 La temperatura de tratamiento térmico es preferentemente al menos 340 °C y no mayor de 450 °C. Si esta temperatura es menor de 40 °C, la poliéter éter cetona no quedará totalmente reblandecida, y no se difundirá uniformemente. Si la temperatura es mayor de 450 °C, la poliéter éter cetona se descompone, por lo que la resistencia del material compuesto magnético no mejorará. Si el tratamiento térmico se realiza en la atmósfera, la poliéter éter cetona se vuelve un gel, por lo que la resistencia del material compuesto magnético se degrada. Si el
25 tratamiento térmico se realiza en argón o helio, el coste de fabricación aumentará. Como tratamiento térmico, se pueden utilizar HIP (presión isostática en caliente, por sus siglas en inglés), SPS (sinterización con plasma de chispa, por sus siglas en inglés) o similares.

30 En la última etapa, el sólido se trabaja para obtener un material compuesto magnético (Muestras 1-8).

La Fig. 1 es una vista en sección de la Muestra 2. En referencia a la Fig. 1, el material compuesto magnético 1 (Muestra 2) incluye una pluralidad de partículas de compuesto magnético 30 unidas entre sí mediante una resina orgánica 40. La partícula de compuesto magnético 30 incluye una partícula metálica magnética 10, y una capa de revestimiento 20 que contiene óxido metálico, unido a la superficie de la partícula metálica magnética 10. La resina orgánica 40 tiene una temperatura de resistencia térmica de larga duración de al menos 200 °C.

40 La resistencia a la rotura transversal a la temperatura de 200 °C, la densidad de flujo magnético cuando se aplica un campo magnético de 12000 A/m, la resistividad eléctrica, y la densidad se determinaron para las Muestras 1-8. La resistencia a la rotura transversal a 200 °C se evaluó conformando el material magnético compuesto en una configuración de prisma de 10 mm x 50 mm x 10 mm (longitud x anchura x espesor) que se sometió a un ensayo de flexión en tres puntos realizado a una temperatura de 200 °C con una separación de 40 mm. Los resultados se muestran en la siguiente Tabla 1.

Tabla 1

Muestra nº	Temperatura del molde	Método de lubricación	Cantidad de lubricante en la mezcla de polvo (% en masa)	Patrón (diana)		Al menos 15 kg	Al menos 10 x 10 ⁻¹ Ωcm	Al menos 7,5 g/cm ³	Nota
				Cantidad máxima (% en masa)	Resistencia a la rotura transversal a 200 °C (MPa)				
1				0,00	136	16,5	3,2	7,58	Ejemplos comparativos
2				0,01	136	16,4	9,8	7,56	Muestra de la presente invención
3				0,10	136	16,3	12	4,55	
4		Lubricación de la pared de la matriz (1)	-	0,15	128	16,3	16	7,54	
5				0,20	113	15,6	21	7,50	Ejemplos comparativos
6				0,30	103	15,2	27	7,46	
7				1,00	97	13,8	62	7,12	
8				3,00	64	10,2	120	6,52	
9				0,00	84	16,0	22	7,55	
10				0,10	62	15,8	25	7,51	
11		Sangrado interno (2)	0,3	0,30	56	14,6	84	7,40	
12				1,00	42	13,0	103	7,02	
13				3,00	44	9,5	224	6,41	
14	Compactación en caliente (150 °C)	Lubricación de la pared de la matriz	-	0,10	133	16,6	13,2	7,57	Muestra de la presente invención
15	Compactación en caliente (70 °C)	Lubricación de la pared de la matriz	-	0,10	128	16,2	11,6	7,53	Ejemplos comparativos
16				0,00	68	14,9	0,12	7,43	
17				0,10	53	14,8	4,5	7,40	
18		Lubricación de la pared de la matriz (3)	-	0,30	50	14,6	9,3	7,34	
19				1,00	42	12,8	33	6,99	
20				3,00	36	9,2	108	6,38	
21	Temperatura ambiente (20 °C)			0,10	39	14,6	620	7,33	
22		Lubricación de la pared de la matriz (4)	0,45	0,30	40	13,8	760	7,25	
23				0,45	45	13,5	730	7,18	
24				0,60	41	13,4	720	7,12	

Se aprecia de la Tabla 1 que las Muestras 2-5 de acuerdo con la presente invención son superiores en todas las propiedades. La Muestra 1 que es un Ejemplo comparativo tiene elevada fricción entre las partículas de compuesto magnético durante la etapa de compactación ya que no se añade PEEK. Por tanto, el revestimiento de aislamiento en la superficie de la partícula de compuesto magnético se fractura. No se pudo alcanzar la resistividad eléctrica deseada. Las Muestras 6-8 que son Ejemplos comparativos mostraron menor resistencia a la rotura transversal a 200 °C y densidad de flujo magnético ya que la cantidad de PEEK era demasiado alta. Por tanto, la relación de PEEK se configura especialmente preferentemente a al menos 0,01 % en masa y no es superior a 0,15 % en masa.

Segunda realización

En la segunda realización, un lubricante (estearato de cinc) se combinó (0,3 % en masa) en la mezcla de polvo por adelantado, y la cantidad añadida de PEEK se alteró en varios niveles para obtener la mezcla de polvo. Se obtuvo un sólido sometiendo la mezcla de polvo a compactación y tratamiento térmico sin aplicar un lubricante a la superficie de la matriz. El sólido se trabajó para obtener un material compuesto magnético (Muestras 9-13). La presión durante la etapa de compactación, la temperatura y la temperatura del tratamiento térmico son idénticas a las de la primera realización.

Una mezcla de polvo con una composición similar a la de la Muestra 3 se moldeó a la misma presión que la primera realización a la temperatura de 150 °C o 70 °C. Después, se aplicó un tratamiento térmico a una temperatura similar a la de la primera realización para obtener un sólido. El sólido se trabajó para obtener un material compuesto magnético (Muestras 14 y 15).

Además, se obtuvo un material compuesto magnético sometido a una etapa de compactación a la temperatura de 20 °C de la primera realización, y después a un tratamiento térmico a una temperatura idéntica a la de la primera realización (Muestras 16-20).

También, se combinó un lubricante (estearato de cinc) en la mezcla de polvo por adelantado, y la cantidad añadida de PEEK se alteró de diferentes maneras para obtener una mezcla de polvo. La mezcla de polvo se moldeó a la temperatura de 20 °C sin aplicar lubricante a la superficie de la matriz, y después se sometió a tratamiento térmico para obtener un sólido. El sólido se trabajó para obtener un material compuesto magnético (Muestras 21-24). La presión durante la etapa de compactación y la temperatura de tratamiento térmico son similares a las de la primera realización.

Para las Muestras 9-20, la resistencia a la rotura transversal a la temperatura de 200 °C, se midieron la densidad de flujo magnético cuando se aplica un campo magnético de 12000 A/m, la resistividad eléctrica y la densidad. Se evaluó la resistencia a la rotura transversal a 200 °C conformando el material compuesto magnético en un prisma de 10 mm x 50 mm x 10 mm (longitud x anchura x espesor) que se sometió a un ensayo de flexión de tres puntos a una temperatura de 200 °C con una separación de 40 mm. Los resultados se muestran en la siguiente Tabla 1

Se aprecia de la Tabla 1 que las Muestras 9-13 que son ejemplos comparativos mostraron una reducción en la resistencia a la rotura transversal y en la densidad de flujo magnético. Las Muestras 14 and 15 correspondientes a la presente invención mostraron propiedades superiores en todos los aspectos. Las Muestras 16-24 identificadas como Ejemplos comparativos sometidos a compactación a temperatura ambiente mostraron una reducción en la densidad. Por tanto, es difícil alcanzar la densidad de flujo magnético diana.

Debe resaltarse que las Muestras 21-24 mostraron la mayor resistencia a la rotura transversal cuando la cantidad de PEEK se ajustó por debajo del 0,45 % en masa. Esto se debe a que la resistencia en su conjunto se reduce si la cantidad está por debajo de 0,45 % en masa ya que la fuerza de unión de PEEK es el factor controlante de la resistencia y si la cantidad de PEEK supera los 0,45 % en masa ya que la resistencia de unión entre las partículas de compuesto magnético se reduce.

A la vista de lo anterior, se debe realizar la lubricación de la pared de la matriz, y la cantidad de PEEK debe configurarse para que sea mayor de 0 % en masa y no superior a 0,2 % en masa para conseguir las propiedades deseadas. Es adicionalmente preferible configurar la cantidad de PEEK en al menos 0,01 % en masa y no superior a 0,15 % en masa.

De acuerdo con la presente invención, la resistencia a temperatura elevada aumenta ya que la temperatura de resistencia térmica de larga duración de poliéter éter cetona es de al menos 200 °C. La resistencia térmica del material compuesto magnético mejora. Como la poliéter éter cetona tiene baja viscosidad cuando se reblandece (viscosidad en fundido), incluso una pequeña cantidad inducirá la capilaridad, llevando una difusión uniforme. También, puesto que se puede conseguir una unión fiable de las partículas de compuesto magnético incluso con una cantidad pequeña, se puede reducir la cantidad necesaria de resina orgánica. Como resultado, la relación de material metálico magnético se puede aumentar para permitir mayores propiedades magnéticas.

El uso de la compactación con lubricación de la pared de la matriz permite que la cantidad de lubricante en el compacto se reduzca. Como resultado, la densidad del material compuesto magnético mejora para permitir mayores

propiedades magnéticas. Además, la permeabilidad magnética puede mejorar ya que se suprime la generación de huecos en el compacto.

5 Cada una de las realizaciones descritas es solamente un modo de ejemplo, y se permiten varias modificaciones.

10 Por ejemplo, aunque la capa de revestimiento se forma de un óxido que incluye fósforo y hierro en las realizaciones anteriores, se pueden ofrecer ventajas sobre las anteriores realizaciones formando la capa de revestimiento a partir de partículas magnéticas de óxido metálico. En este caso, las partículas metálicas magnéticas y las partículas magnéticas de óxido metálicos deben mezclarse. El método de mezclado de las partículas metálicas magnéticas con las partículas magnéticas de óxido metálico no está especialmente limitado. Por ejemplo, se pueden emplear aleación mecánica, molino de bolas, molino de bolas oscilatorio, molino de bolas orbital, mecanofusión, precipitación simultánea, deposición química de vapor (CVD), deposición física de vapor (PVD), chapado, pulverización catódica, deposición de vapor, método sol-gel, o similares.

15 Cada una de las realizaciones descritas en el presente documento es solo a modo de ejemplo, y no puede tomarse como una limitación. El alcance de la presente invención se define por las reivindicaciones adjuntas en lugar de mediante la descripción anterior. Todos los cambios comprendidos entre los límites y vinculaciones de las reivindicaciones o equivalencia de dichos cumplimientos y vinculaciones están por tanto previstas para quedar abarcados por las reivindicaciones.

20 De acuerdo con la presente invención, se puede obtener un material compuesto magnético que tiene elevada resistencia térmica.

Aplicabilidad industrial

25 El material compuesto magnético de acuerdo con la presente invención se puede utilizar como el componente constituyente del mecanismo de control de un motor de automóvil.

REIVINDICACIONES

1. Un método de fabricación de un material compuesto magnético que comprende las etapas de:

5 preparar una mezcla de polvo que incluye una resina orgánica (40) y partículas de compuesto magnético (30),
 teniendo dicha resina orgánica (40) una temperatura de resistencia térmica de larga duración de al menos
 200 °C, teniendo dicha resina orgánica (40) una relación que supere el 0 % en masa y no sea superior a 0,2 %
 en masa respecto a dichas partículas de compuesto magnético (30),
 10 incluyendo dichas partículas de compuesto magnético (30) una partícula metálica magnética (10), y una capa de
 revestimiento (20) que incluye un óxido metálico, directamente unido a una superficie de dicha partícula metálica
 magnética (10);
 formar un compacto introduciendo dicha mezcla de polvo en una matriz que tiene un lubricante aplicado a su
 superficie y realizando una compactación en caliente; y
 aplicar un tratamiento térmico a dicho compacto
 15 **caracterizado por que** dicha resina orgánica (40) está formada de poliéter éter cetona (PEEK).

2. El método de fabricación de un material compuesto magnético de acuerdo con la reivindicación 1, en el que
 la mezcla de polvo incluye las impurezas inevitables como resto;
 la partícula metálica magnética (10) tiene magnetismo dulce;
 20 el óxido metálico incluye fósforo y hierro;
 la compactación en caliente se realiza con dicha matriz a una temperatura de al menos 70 °C y no superior a 150 °C,
 y
 siendo la temperatura del polvo al menos 70 °C y no superior a 150 °C; y
 el tratamiento térmico se realiza a una temperatura de al menos 340 °C y no superior a 450 °C.
 25

3. El método de fabricación de un material compuesto magnético de acuerdo con la reivindicación 1 o la
 reivindicación 2, en el que dicha etapa de preparación de la mezcla de polvo incluye la etapa de preparar dicha
 mezcla de polvo que tiene una relación entre dicha resina orgánica (40) y dichas partículas de compuesto magnético
 (30) configurada a al menos 0,01 % en masa y no superior a 0,15 % en masa.
 30

4. El método de fabricación de un material compuesto magnético de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha
 etapa de formación de un compacto incluye la etapa de compactación en caliente de dicha mezcla de polvo a una
 temperatura de al menos 70 °C y no superior a 150 °C.

35 5. El método de fabricación de un material compuesto magnético de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha
 etapa de preparación de la mezcla de polvo incluye la etapa de preparar dicha mezcla de polvo, incluyendo dicha
 resina orgánica (40), dichas partículas de compuesto magnético (30) y un lubricante.

40 6. El método de fabricación de un material compuesto magnético de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha
 etapa de preparación de la mezcla de polvo incluye la etapa de preparar dicha mezcla de polvo, incluyendo dicha
 resina orgánica (40) y dichas partículas de compuesto magnético (30), que tiene las impurezas inevitables como
 resto.

45 7. Un material compuesto magnético que incluye una pluralidad de partículas de compuesto magnético unidas entre
 sí mediante una resina orgánica, incluyendo dicha partícula de compuesto magnético una partícula metálica
 magnética, y una capa de revestimiento que contiene óxido metálico, unida a la superficie de dicha partícula
 metálica magnética, teniendo dicha resina orgánica una temperatura de resistencia térmica de larga duración de al
 menos 200 °C, teniendo dicha resina orgánica una relación que supera el 0 % en masa y no es superior al 0,2 % en
 masa a dichas partículas de compuesto magnético, **caracterizado por que** dicha resina orgánica está formada de
 50 poliéter éter cetona (PEEK).

8. El material compuesto magnético de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la relación de dicha resina
 orgánica con respecto a dichas partículas magnéticas de compuesto es al menos 0,01 % en masa y no más del
 0,15 % en masa.
 55

FIG.1

