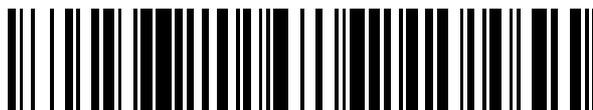


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 592 383**

51 Int. Cl.:

H01F 1/24 (2006.01)

H01F 41/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.09.2010 PCT/EP2010/063448**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.03.2011 WO11032931**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.09.2010 E 10751967 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.07.2016 EP 2513918**

54 Título: **Composición ferromagnética en polvo y método para su producción**

30 Prioridad:

18.09.2009 SE 0901200
18.09.2009 US 243715 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.11.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SKÅRMAN, BJÖRN y
YE, ZHOU

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 592 383 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición ferromagnética en polvo y método para su producción

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una composición en polvo que comprende un polvo basado en hierro aislado eléctricamente y a un procedimiento para producir la misma. La invención se refiere además a un método para la fabricación de componentes compuestos magnéticos suaves preparados a partir de la composición, así como el componente obtenido.

10 **Antecedentes de la invención**

Los materiales magnéticos suaves se usan para aplicaciones, tales como materiales de núcleo en inductores, estatores y rotores para máquinas eléctricas, actuadores, sensores y núcleos de transformador. Tradicionalmente, los núcleos magnéticos suaves, tales como rotores y estatores en máquinas eléctricas, están hechos de laminados de acero apilados. Los materiales compuestos magnéticos suaves (SMC) están basados en partículas magnéticas suaves, habitualmente basadas en hierro, con un recubrimiento aislante eléctricamente en cada partícula. Los componentes SMC se obtienen compactando las partículas aisladas usando un procedimiento de compactación metalúrgico de polvo (PM) tradicional, opcionalmente junto con lubricantes y/o aglutinantes. Mediante el uso de la técnica metalúrgica de polvo es posible producir materiales que tienen un grado más alto de libertad en el diseño del componente SMC que mediante el uso de los laminados de acero, ya que el material SMC puede portar un flujo magnético tridimensional, y ya que pueden obtenerse formas tridimensionales mediante el procedimiento de compactación.

Dos características clave de un componente de núcleo de hierro son su permeabilidad magnética y características de pérdida de núcleo. La permeabilidad magnética de un material es un indicio de su capacidad para volverse magnetizado o su capacidad para portar un flujo magnético. La permeabilidad se define como la relación del flujo magnético inducido a la fuerza magnetizante o intensidad del campo. Cuando un material magnético se expone a campo variante, se producen las pérdidas de energía debido tanto a las pérdidas por histéresis como a las pérdidas por corrientes parásitas. La pérdida por histéresis (pérdida por DC), que constituye la mayoría de las pérdidas de núcleo totales en la mayoría de aplicaciones para motor, se ocasiona por el gasto necesario de energía para vencer las fuerzas magnéticas retenidas en el componente de núcleo de hierro. Las fuerzas pueden minimizarse mejorando la calidad y pureza del polvo de base, pero de manera más importante aumentando la temperatura y/o tiempo del tratamiento térmico (es decir, liberación de tensión) del componente. La pérdida por corriente parásita (pérdida por AC) se ocasiona por la producción de corrientes eléctricas en el componente de núcleo de hierro debido al flujo cambiante causado por las condiciones de corriente alterna (AC). Una resistividad eléctrica elevada del componente es deseable con el fin de minimizar las corrientes parásitas. El nivel de resistividad eléctrica que se requiere para minimizar las pérdidas por AC depende del tipo de aplicación (frecuencia de operación) y el tamaño del componente.

La pérdida por histéresis es proporcional a la frecuencia de los campos eléctricos alternos, mientras que la pérdida por corriente parásita es proporcional al cuadrado de la frecuencia. Por tanto, a frecuencias elevadas, la pérdida por corriente parásita tiene importancia sobre todo y se requiere especialmente para reducir la pérdida por corriente parásita y aún mantener un nivel bajo de pérdida por histéresis. Para aplicaciones que operan a frecuencias elevadas donde se usan polvos magnéticos suaves aislados, es deseable usar polvos que tienen un tamaño de partícula más fino, ya que las corrientes parásitas creadas pueden restringirse a un volumen más pequeño siempre y cuando el aislamiento eléctrico de las partículas de polvo individuales sea suficiente (corrientes parásitas dentro de la partícula). Por tanto, polvos finos así como resistividad eléctrica elevada se volverán más importantes para los componentes que trabajan a una frecuencia elevada. Independientemente de lo bien que funcione el aislamiento de partícula siempre hay una parte de corrientes parásitas no restringidas en el volumen del componente, causando pérdida. La pérdida por corriente parásita del el volumen es proporcional al área transversal de la parte compactada que porta el flujo magnético. Por tanto, componentes que tienen grande área transversal que portan el flujo magnético requerirán resistividad eléctrica más elevada con el fin de restringir las pérdidas por corrientes parásitas del volumen.

Polvo magnético suave basado en hierro aislado que tiene un tamaño de partícula promedio de 100-400 μm , por ejemplo, entre aproximadamente 180 μm y 250 μm y menos del 10% de las partículas que tienen un tamaño de partícula por debajo de 45 μm (polvo de 40 de malla) se usan normalmente para componentes que trabajan a una frecuencia de hasta 1 kHz. Polvos que tienen un tamaño de partícula promedio de 50-150 μm , por ejemplo, entre aproximadamente 80 μm y 120 μm y el 10-30% menos de 45 μm (polvo de 100 de malla) pueden usarse para componentes que trabajan de desde 200 Hz hasta 10 kHz, mientras que componentes que trabajan a frecuencias de desde 2 kHz hasta 50 kHz se basan normalmente en polvos magnéticos suaves aislados que tienen un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20-75 μm , por ejemplo, entre aproximadamente 30 μm y 50 μm y más del 50% es menos de 45 μm (polvo de 200 de malla). El tamaño de partícula y distribución de tamaño de partícula promedios debería preferiblemente optimizarse según los requisitos de la aplicación. Por tanto, ejemplos de tamaños de partícula promedios en peso son 10-450 μm , 20-400 μm , 20-350 μm , 30-350 μm , 30-300 μm , 20-80 μm , 30-

50 µm, 50-150 µm, 80-120 µm, 100-400 µm, 150-350 µm, 180-250 µm, 120-200 µm.

La investigación en la fabricación metalúrgica de polvo de componentes de núcleo magnético usando polvos recubiertos basados en hierro se ha dirigido al desarrollo de composiciones de hierro en polvo que realzan determinadas propiedades físicas y magnéticas sin afectar de manera perjudicial otras propiedades del componente final. Propiedades de componente deseadas incluyen, por ejemplo, una elevada permeabilidad a lo largo de un intervalo de frecuencia extendido, pérdidas de núcleo bajas, inducción de saturación elevada, y resistencia mecánica elevada. Las propiedades de polvo deseadas incluyen además idoneidad para técnicas de moldeo por compresión, que significa que el polvo puede moldearse fácilmente para dar un componente de alta densidad, que puede expulsarse fácilmente del equipo de moldeo sin daños en la superficie del componente.

Ejemplos de patentes publicadas se explican resumidamente a continuación.

Patente estadounidense US 6309748 de Lashmore describe un polvo ferromagnético que tiene un tamaño de diámetro de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 600 micrómetros y un recubrimiento de óxidos inorgánicos dispuesto en cada partícula.

Patente estadounidense US 6348265 de Jansson enseña un polvo de hierro recubierto con un recubrimiento fino que contiene fósforo y oxígeno, el polvo recubierto para la compactación siendo adecuado para dar núcleos magnéticos suaves que pueden tratarse térmicamente.

Patente estadounidense US 4601765 de Soileau enseña un núcleo de hierro compactado que utiliza polvo de hierro que en primer lugar se recubre con una película de un silicato de metal alcalino y entonces se recubre de nuevo con un polímero de resina de silicona.

Patente estadounidense US 6149704 de Moro describe un polvo ferromagnético aislado eléctricamente con un recubrimiento de una resina de fenol y/o resina de silicona y opcionalmente un sol de óxido de titanio u óxido de zirconio. El polvo obtenido se mezcla con un lubricante de estearato metálico y se compacta para dar un núcleo de polvo.

Patente estadounidense US 7235208 de Moro enseña un núcleo de polvo hecho de polvo ferromagnético que tiene un aglutinante aislante en el cual se dispersa el polvo ferromagnético, en el que el aglutinante aislante comprende una resina de silicona de alquil-fenilo trifuncional y opcionalmente un carburo, nitruro u óxido inorgánico.

Documentos adicionales dentro del campo de materiales magnéticos suaves son la solicitud de patente japonesa JP 2005-322489 que tiene el número de publicación JP 2007-129154 de Yuuichi, la solicitud de patente japonesa JP 2005-274124 que tiene el número de publicación JP 2007-088156 de Maeda, la solicitud de patente japonesa JP 2004-203969 que tiene el nº. de publicación JP 2006-0244869 de Masaki; la solicitud de patente japonesa 2005-051149 que tiene el nº. de publicación 2006-233295 de Ueda y la solicitud de patente japonesa 2005-057193 que tiene el nº. de publicación 2006-245183 de Watanabe.

Objetos de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición en polvo basada en hierro que comprende un polvo basado en hierro aislado eléctricamente que va a compactarse para dar componentes magnéticos suaves con una resistividad elevada y una pérdida de núcleo baja.

Un objeto de la invención es proporcionar una composición en polvo basada en hierro que comprende un polvo basado en hierro aislado eléctricamente que va a compactarse para dar componentes magnéticos suaves que tienen resistencia elevada, cuyo componente puede tratarse térmicamente a una temperatura de tratamiento térmico óptima sin que se deteriore el recubrimiento aislado eléctricamente del polvo basado en hierro.

Un objeto de la invención es proporcionar una composición en polvo basada en hierro que comprende un polvo basado en hierro aislado eléctricamente que va a compactarse para dar componentes magnéticos suaves que tienen resistencia elevada, permeabilidad máxima elevada, e inducción elevada mientras que se minimiza la pérdida por histéresis y se mantiene la pérdida por corriente parásita a un nivel bajo.

Un objeto de la invención es proporcionar un método para producir componentes magnéticos suaves tratados térmicamente y compactados que tienen resistencia elevada, permeabilidad máxima elevada, inducción elevada, y pérdida de núcleo baja, obtenidos minimizando la pérdida por histéresis mientras se mantiene la pérdida por corriente parásita a un nivel bajo.

Un objeto de la invención es proporcionar un método para producir la composición en polvo basada en hierro sin la necesidad de ningún disolvente tóxico o desfavorable para el medio ambiente o procedimientos de secado.

Un objeto es proporcionar un procedimiento para producir un componente compuesto basado en hierro magnético

suave compactado y opcionalmente tratado térmicamente que tiene pérdida de núcleo baja en combinación con resistencia mecánica suficiente y densidad de flujo magnético aceptable (inducción) y permeabilidad máxima.

Sumario de la invención

5 Para lograr al menos uno de los objetos mencionados anteriormente y/u objetos adicionales no mencionados, que se pondrán de manifiesto a partir de la siguiente descripción, la presente invención se refiere a una composición ferromagnética en polvo que comprende partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves que tienen una densidad aparente de 3,4-3,6 g/ml, en la que la superficie de las partículas de núcleo se proporciona con una capa aislante inorgánica basada en fósforo.

10 Opcionalmente, en otra realización al menos una capa orgánica de metal está situada en el exterior de la primera capa aislante inorgánica basada en fósforo de un compuesto orgánico de metal que tiene la siguiente fórmula general:



en la que M es un átomo central seleccionado de Si, Ti, Al o Zr;

20 O es oxígeno;

R₁ es un grupo hidrolizable elegido de grupos alcoxilo que tienen menos de 4, preferiblemente menos de 3 átomos de carbono.

25 R₂ es un resto orgánico y en la que al menos un R₂ contiene al menos un grupo amino;

en la que n es el número de unidades de repetición siendo un número entero entre 1 y 20;

30 en la que x es un número entero entre 0 y 1;

en la que y es un número entero entre 1 y 2;

35 Una realización preferida según la presente invención se refiere a una composición ferromagnética en polvo que comprende partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves que tienen una densidad aparente de 3,4-3,6 g/ml, y en la que la superficie de las partículas de núcleo se proporciona con una capa aislante inorgánica basada en fósforo, y al menos una capa orgánica de metal situada en el exterior de la primera capa aislante inorgánica basada en fósforo de un compuesto orgánico de metal que tiene la siguiente fórmula general:



en la que M es un átomo central seleccionado de Si, Ti, Al o Zr;

O es oxígeno;

45 R₁ es un grupo alcoxilo que tiene menos de 4 átomos de carbono;

R₂ es un resto orgánico y en la que al menos un R₂ contiene al menos un grupo amino;

50 en la que n es el número de unidades de repetición siendo un número entero entre 1 y 20;

en la que x es un número entero entre 0 y 1;

en la que y es un número entero entre 1 y 2.

55 En otra realización, un compuesto particulado metálico o semi-metálico adicional que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5 estando adherido a al menos una capa orgánica de metal.

60 En aún otra realización, la composición en polvo comprende un lubricante particulado. El lubricante puede añadirse a la composición que comprende las partículas de núcleo proporcionadas con una capa aislante inorgánica basada en fósforo y al menos una capa orgánica de metal; u opcionalmente una composición que también incluye el compuesto particulado metálico o semi-metálico.

65 Las partículas de núcleo tendrán una densidad aparente (DA) como se mide según la ISO 3923-1 de entre 3,4 y 3,6 g/m; o entre 3,4 y 3,55 g/ml.

La invención se refiere además a un procedimiento para la preparación de una composición ferromagnética en polvo

que comprende recubrir las partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves que tienen una densidad aparente de 3,4-3,6 g/ml, o, por ejemplo, los intervalos más preferibles mencionados anteriormente, con una capa aislante inorgánica basada en fósforo de modo que la superficie de las partículas de núcleo están aisladas eléctricamente.

5 Opcionalmente, en otra realización que comprende además las etapas de a) mezclar dichas partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves que están aisladas eléctricamente por una capa aislante inorgánica basada en fósforo, con un compuesto orgánico de metal como anteriormente; y b) mezclar opcionalmente las partículas obtenidas con un compuesto orgánico de metal adicional como anteriormente.

10 Una realización preferida según la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición ferromagnética en polvo que comprende recubrir las partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves que tienen una densidad aparente de 3,4-3,6. g/ml con una capa aislante inorgánica basada en fósforo de modo que la superficie de las partículas de núcleo están aisladas eléctricamente; y

15 a) mezclar dichas partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves aisladas por una capa aislante inorgánica basada en fósforo con un compuesto orgánico de metal, en la que se proporciona al menos una capa orgánica de metal en el exterior de la primera capa aislante inorgánica basada en fósforo de un compuesto orgánico de metal que tiene la siguiente fórmula general:



en la que M es un átomo central seleccionado de Si, Ti, Al o Zr;

25 O es oxígeno;

R₁ es un grupo alcoxilo que tiene menos de 4 átomos de carbono;

30 R₂ es un resto orgánico y en la que al menos un R₂ contiene al menos un grupo amino;

en la que n es el número de unidades de repetición siendo un número entero entre 1 y 20;

en la que x es un número entero entre 0 y 1;

35 en la que y es un número entero entre 1 y 2; y

b) mezclar opcionalmente las partículas obtenidas con un compuesto orgánico de metal adicional como se da a conocer en a).

40 En otra realización, el procedimiento comprende además la etapa de c) mezclar el polvo con un compuesto particulado metálico o semi-metálico que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5. La etapa c puede opcionalmente, además de después de la etapa b, realizarse antes de la etapa b, o en lugar de después de la etapa b, realizarse antes de la etapa b.

45 En aún otra realización, el procedimiento comprende la etapa de d) mezclar el polvo con un lubricante particulado. Esta etapa puede realizarse directamente tras la etapa b) si en la composición no se incluye un compuesto particulado metálico o semi-metálico.

50 La invención se refiere además a un procedimiento para la preparación de materiales compuestos magnéticos suaves que comprende: compactar de manera uniaxial una composición según la invención en un troquel a una presión de compactación de al menos aproximadamente 600 MPa; calentar previamente, de manera opcional, el troquel hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del lubricante particulado añadido; expulsar el cuerpo verde obtenido; y opcionalmente tratar térmicamente el cuerpo. Un componente compuesto según la invención tendrá normalmente un contenido de P de entre el 0,01-0,1% en peso, un contenido de Si añadido al polvo de base de entre el 0,02-0,12% en peso, y si se añade Bi en forma de un compuesto particulado metálico o semi-metálico que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5 el contenido de Bi estará de entre el 0,05-0,35% en peso.

Descripción detallada de la invención

60 Polvo de base

Las partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves pueden ser de un polvo de hierro esponja, un polvo atomizado por gas o un polvo atomizado por agua, aunque se prefiere un polvo atomizado por agua.

65 Las partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves pueden seleccionarse del grupo que consiste en esencialmente hierro puro, hierro aleado Fe-Si que tiene hasta el 7% en peso, preferiblemente hasta el 3% en peso

de silicio, hierro aleado seleccionado de los grupos Fe-Al, Fe-Si-Al, Fe-Ni, Fe-Ni-Co, o combinaciones de los mismos. Esencialmente se prefiere hierro puro, es decir, hierro con impurezas inevitables.

5 Ahora también se ha encontrado sorprendentemente que la mejora adicional de la resistividad eléctrica del componente tratado térmicamente y compactado según la invención puede obtenerse si se usan polvos de base que tengan superficies de partícula menos rugosas. Tal morfología adecuada se manifiesta, por ejemplo, por un aumento en la densidad aparente por encima del 7% o por encima del 10%, o por encima del 12% o por encima del 13% para un polvo de hierro o polvo basado en hierro que da como resultado una densidad aparente de entre 3,4 y 3,6 g/ml. Polvos de este tipo con la densidad aparente deseada pueden obtenerse a partir del procedimiento de atomización por gas o polvos atomizados por agua. Si se usan polvos atomizados por agua, preferiblemente se someten a trituración, molienda u otros procedimientos que alterarán físicamente la superficie irregular de los polvos atomizados por agua. Si la densidad aparente de los polvos se aumenta demasiado, por encima de aproximadamente el 25% o por encima del 20%, que significa que para un polvo basado en hierro atomizado por agua por encima de aproximadamente 3,7 o 3,6 g/ml, aumentará la pérdida de núcleo total.

15 Se ha encontrado también que la forma de las partículas de polvo tiene influencia en los resultados en, por ejemplo, la resistividad. El uso de partículas irregulares da una densidad aparente más baja y resistividad más baja que si las partículas tienen una forma más lisa y menos desigual. Por tanto, se prefieren partículas que son nodulares, es decir, partículas irregulares redondeadas, o partículas esféricas o casi esféricas según la presente invención.

20 Ya que una resistividad elevada se volverá más importante para los componentes que trabajan a frecuencias elevadas, donde se usan preferiblemente polvos que tienen un tamaño de partícula más fino (tal como 100 y 200 de malla), una "DA alta" se vuelve más importante para estos polvos. Sin embargo, también se muestra resistividad mejorada para polvos más gruesos (40 de malla). Los polvos gruesos adecuados normalmente para aplicaciones de baja frecuencia (<1 kHz) pueden, con una densidad aparente aumentada a través de operaciones de trituración o similares, obtener resistividad eléctrica significativamente mejorada según la presente invención. Por tanto, pueden producirse componentes con áreas transversales grandes para portar el flujo magnético, según la presente invención y aún mostrar pérdidas de núcleo bajas.

25 Una composición según la invención que contiene polvos basados en hierro mostrará una densidad aparente próxima a la densidad aparente del polvo basado en hierro.

Una primera capa de recubrimiento (inorgánica)

35 Las partículas de núcleo se proporcionan con una primera capa aislante inorgánica que está preferiblemente basada en fósforo. Esta primera capa de recubrimiento puede lograrse tratando polvo basado en hierro con ácido fosfórico disuelto en o bien agua o bien disolventes orgánicos. En un disolvente basado en agua, se añaden opcionalmente inhibidores de oxidación y tensioactivos. Un método preferido de recubrir las partículas de polvo basadas en hierro se describe en la patente estadounidense US 6348265. El tratamiento de fosfatización puede repetirse. El recubrimiento aislante inorgánico basado en fósforo de las partículas de núcleo basadas en hierro es preferiblemente sin ninguna adición tales como dopantes, inhibidores de oxidación o tensioactivos.

40 El contenido de fosfato en la capa 1 puede ser de entre el 0,01 y 0,15% en peso de la composición.

Una capa orgánica de metal (segunda capa de recubrimiento opcional)

Opcionalmente existe al menos una capa orgánica de metal situada en el exterior de la primera capa basada en fósforo. La capa orgánica de metal es de un compuesto orgánico de metal que tiene la fórmula general:



en la que M es un átomo central seleccionado de Si, Ti, Al o Zr;

O es oxígeno;

55 R_1 es un grupo hidrolizable elegido de un grupo alcoxilo que tiene menos de 4, preferiblemente menos de 3 átomos de carbono;

60 R_2 es un resto orgánico, que significa que el grupo R_2 contiene una porción o parte orgánica, y en la que al menos un R_2 contiene al menos un grupo amino;

en la que n es el número de unidades de repetición siendo un número entero entre 1 y 20;

65 en la que x es un número entero entre 0 y 1; en la que y es un número entero entre 1 y 2 (x puede, por tanto, ser 0 ó 1 e y puede ser 1 ó 2).

El compuesto orgánico de metal puede seleccionarse de los siguientes grupos: modificadores de superficie, agentes de acoplamiento o agentes de reticulación.

5 R_2 puede incluir 1-6, preferiblemente 1-3 átomos de carbono. R_2 puede incluir además uno o más heteroátomos seleccionados del grupo que consiste en N, O, S y P. El grupo R_2 puede ser lineal, ramificado, cíclico o aromático.

R_2 puede incluir uno o más de los siguientes grupos funcionales: amina, diamina, amida, imida, epoxi, hidroxilo, óxido de etileno, ureido, uretano, isocianato, acrilato, acrilato de glicerilo, bencil-amino, vinil-bencil-amino.

10 El compuesto orgánico de metal puede seleccionarse de derivados, productos intermedios u oligómeros de silanos, siloxanos y silsesquioxanos, en los que el átomo central consiste en Si, o los correspondientes titanatos, aluminatos o zirconatos, en los que el átomo central consiste en Ti, Al y Zr, respectivamente, o mezclas de los mismos.

15 Según una realización, al menos un compuesto orgánico de metal en una capa orgánica de metal es un monómero (n=1).

Según otra realización, al menos un compuesto orgánico de metal en una capa orgánica de metal es un oligómero (n=2-20).

20 Según otra realización, la capa orgánica de metal situada en el exterior de la primera capa es de un monómero del compuesto orgánico de metal y en la que la capa orgánica de metal más externa es de un oligómero del compuesto orgánico de metal. La funcionalidad química del monómero y el oligómero no es necesariamente la misma. La relación en peso de la capa del monómero del compuesto orgánico de metal y la capa del oligómero del compuesto orgánico de metal puede ser entre 1:0 y 1:2, preferiblemente entre 2:1-1:2.

25 Si el compuesto orgánico de metal es un monómero, puede seleccionarse del grupo de titanatos, aluminatos, zirconatos o silanos de dialcoxilo y trialcoxilo. El monómero del compuesto orgánico de metal puede, por tanto, seleccionarse de 3-aminopropil-trimetoxisilano, 3-aminopropil-trietoxisilano, 3-aminopropil-metil-dietoxisilano, N-aminoetil-3-aminopropil-trimetoxisilano, N-aminoetil-3-aminopropil-metil-dietoxisilano, 1,7-bis(trietoxisilil)-4-azaheptano, propil-trimetoxisilano triamino-funcional, 3-ureidopropil-trietoxisilano, 3-isocianatopropil-trietoxisilano, tris(3-trimetoxisililpropil)-isocianurato, 0-(propargiloxi)-N-(trietoxisililpropil)-uretano, 1-aminometil-trietoxisilano, 1-aminoetil-metil-dietoxisilano, o mezclas de los mismos.

35 Un oligómero del compuesto orgánico de metal puede seleccionarse de oligómeros de alquil-alcoxilo terminados en alcoxilo de silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos. El oligómero del compuesto orgánico de metal puede, por tanto, seleccionarse de amino-siloxanos, 3-aminopropil-metoxisilano oligomérico, 3-aminopropil/propil-alcoxi-silanos, N-aminoetil-3-aminopropil-alcoxi-silanos, N-aminoetil-3-aminopropil/metil-alcoxi-silanos o amino-silsesquioxanos terminados en metoxilo, etoxilo o acetoxilo, o mezclas de los mismos.

40 La cantidad total de compuesto orgánico de metal puede ser del 0,05-0,8%, o del 0,05-0,6%, o del 0,1-0,5%, o del 0,2-0,4% o del 0,3-0,5% en peso de la composición. Estos tipos de compuestos orgánicos de metal pueden obtenerse comercialmente desde empresas, tales como Evonik Ind., Wacker Chemie AG, Dow Corning, Mitsubishi Int. Corp., Famas Technology Sàrl, etc.

45 Un compuesto particulado metálico o semi-metálico

El polvo basado en hierro magnético suave recubierto debería, si se usa, contener adicionalmente al menos un compuesto particulado, un compuesto metálico o semi-metálico. El compuesto particulado metálico o semi-metálico debería ser suave, con una dureza de Mohs de menos de 3,5 y estar constituido de partículas finas o coloides. El compuesto puede tener preferiblemente un tamaño de partícula promedio por debajo de 5 μm , preferiblemente por debajo de 3 μm , y lo más preferiblemente por debajo de 1 μm . La dureza de Mohs del compuesto particulado metálico o semi-metálico es preferiblemente de 3 o menos, más preferiblemente de 2,5 o menos. SiO_2 , Al_2O_3 , MgO y TiO_2 son abrasivos y tienen una dureza de Mohs bien por encima de 3,5 y no están dentro del alcance de la invención. Los compuestos abrasivos, incluso como nanopartículas, causan daños irreversibles al recubrimiento aislante eléctricamente dando una expulsión pobre y peores propiedades magnéticas y/o mecánicas del componente tratado térmicamente.

60 El compuesto particulado metálico o semi-metálico puede ser al menos uno seleccionado de los grupos: compuestos basados en plomo, indio, bismuto, selenio, boro, molibdeno, manganeso, wolframio, vanadio, antimonio, estaño, zinc, cerio.

El compuesto particulado metálico o semi-metálico puede ser un óxido, hidróxido, hidrato, carbonato, fosfato, fluorita, sulfuro, sulfato, sulfito, oxiclورو, o una mezcla de los mismos. Según una realización preferida, el compuesto particulado metálico o semi-metálico es bismuto, o más preferiblemente óxido de bismuto (III).

65 El compuesto particulado metálico o semi-metálico puede mezclarse con un segundo compuesto seleccionado de

metales alcalinotérreos o alcalinos, en el que el compuesto puede ser carbonatos, preferiblemente carbonatos de calcio, estroncio, bario, litio, potasio o sodio.

5 El compuesto particulado metálico o semi-metálico o mezcla de compuesto puede estar presente en una cantidad del 0,05-0,8%, o del 0,05-0,6%, o del 0,1-0,5% o del 0,15-0,4% en peso de la composición.

10 El compuesto particulado metálico o semi-metálico está adherido a al menos una capa orgánica de metal. En una realización de la invención, el compuesto particulado metálico o semi-metálico está adherido a la capa orgánica de metal más externa.

10 Lubricante

15 La composición en polvo según la invención puede comprender opcionalmente un lubricante particulado. El lubricante particulado juega un papel importante y permite la compactación sin la necesidad de aplicar lubricación a la pared del troquel. El lubricante particulado puede seleccionarse del grupo que consiste en amidas de ácidos grasos primarios y secundarios, trans-amidas (bisamidas) o alcoholes de ácidos grasos. El resto lubricante del lubricante particulado puede ser una cadena saturada o insaturada que contiene entre 12-22 átomos de carbono. El lubricante particulado puede seleccionarse preferiblemente de estearamida, erucamida, estearil-erucamida, erucil-estearamida, alcohol de behenilo, alcohol de erucilo, etilen-bisestearamida (es decir EBS o cera de amida). El lubricante particulado puede estar presente en una cantidad del 0,1-0,6%, o del 0,2-0,4%, o del 0,3-0,5% o del 0,2-0,6% en peso de la composición.

20 Procedimiento de preparación de la composición

25 El procedimiento para la preparación de la composición ferromagnética en polvo según la invención comprende: recubrir partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves, producidas y tratadas para obtener una densidad aparente de 3,4-3,6 g/ml, con un compuesto inorgánico basado en fósforo para obtener una capa aislante inorgánica basada en fósforo dejando que la superficie de las partículas de núcleo aislada eléctricamente.

30 Las partículas de núcleo están a) mezcladas con un compuesto orgánico de metal como se da a conocer anteriormente; y b) mezclar opcionalmente las partículas obtenidas con un compuesto orgánico de metal adicional como se da a conocer anteriormente.

35 Además, otra etapa opcional del procedimiento es: c) mezclar el polvo con un compuesto particulado metálico o semi-metálico que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5. La etapa c puede opcionalmente, además de después de la etapa b, realizarse antes de la etapa b, o en lugar de después de la etapa b, realizarse antes de la etapa b. Preferiblemente, la etapa c se realiza entre las etapas a y b.

40 Una etapa opcional adicional del procedimiento es: d) mezclar el polvo con un lubricante particulado.

45 Las partículas de núcleo proporcionadas con una primera capa aislante inorgánica pueden tratarse previamente con un compuesto alcalino antes de que se mezclen con el compuesto orgánico de metal. Un tratamiento previo puede mejorar los prerrequisitos para el acoplamiento entre la primera capa y la segunda capa, que podría realizar tanto la resistividad eléctrica como la resistencia mecánica del componente compuesto magnético. El compuesto alcalino puede seleccionarse de amoníaco, hidroxilamina, hidróxido de tetraalquilamonio, alquil-aminas, alquil-amidas. El tratamiento previo puede llevarse a cabo usando cualquiera de los productos químicos enumerados anteriormente, preferiblemente diluidos en un disolvente adecuado, mezclados con el polvo y secados opcionalmente.

50 Procedimiento para producir componentes magnéticos suaves

55 El procedimiento para la preparación de materiales compuestos magnéticos suaves según la invención comprende: compactar de manera uniaxial la composición según la invención en un troquel a una presión de compactación de al menos aproximadamente 600 MPa; calentar previamente, de manera opcional, el troquel hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del lubricante particulado añadido; calentar previamente, de manera opcional, el polvo hasta entre de 25-100°C antes de la compactación; expulsar el cuerpo verde obtenido; y opcionalmente tratar térmicamente el cuerpo.

60 El procedimiento de tratamiento térmico puede realizarse a vacío, en atmósferas inertes no reductoras de N₂/H₂ o débilmente oxidantes, por ejemplo, del 0,01 al 3% de oxígeno. Opcionalmente, el tratamiento térmico se realiza en una atmósfera inerte y después de eso se expone rápidamente a una atmósfera oxidante, tal como vapor de agua, para crear una capa o costra superficial de mayor resistencia. La temperatura puede ser de hasta 750°C.

65 Las condiciones del tratamiento térmico permitirán que el lubricante se evapore lo más completamente posible. Esto se obtiene normalmente durante la primera parte del ciclo de tratamiento térmico, por encima de aproximadamente 150-500°C, preferiblemente por encima de aproximadamente 250 a 500°C. A temperaturas más altas, el compuesto metálico o semi-metálico puede reaccionar con el compuesto orgánico de metal y formar parcialmente una red. Esto

además realzaría la resistencia mecánica, así como la resistividad eléctrica del componente. A temperatura máxima (550-750°C, o 600-750°C, o 630-700°C o 630-670°C), el material compacto puede alcanzar liberación de tensión completa a la que se minimiza la coercividad y, por tanto, la pérdida por histéresis del material compuesto.

5 El material compuesto magnético suave tratado térmicamente y compactado preparado según la presente invención preferiblemente tiene un contenido de P de entre el 0,01-0,15% en peso del componente, un contenido de Si añadido al polvo de base de entre el 0,02-0,12% en peso del componente, y si se añade Bi en forma de un compuesto particulado metálico o semi-metálico que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5, el contenido de Bi estará de entre el 0,05-0,35% en peso del componente.

10

Ejemplos

La invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos. Los ejemplos 1-4 dan a conocer el acúmulo de composiciones en polvo magnéticas suaves sin la densidad aparente específica de la presente invención e ilustran el procedimiento para los siguientes ejemplos 5-7 según la presente invención.

15

Ejemplo 1

20 El ejemplo 1 ilustra el impacto de diferentes capas de recubrimiento y el impacto de la adición de un compuesto particulado metálico o semi-metálico en las propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas en partes tratadas térmicamente y compactadas producidas a partir de un polvo de hierro de 40 de malla que tiene una densidad aparente de 3,0 g/ml.

25

Un polvo atomizado por agua basado en hierro que tiene un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 220 μm y menos del 5% de las partículas que tienen un tamaño de partícula por debajo de 45 μm (polvo de 40 de malla). Este polvo, que es polvo de hierro puro, se proporcionó en primer lugar con una capa basada en fósforo fina aislante eléctricamente (el contenido en fósforo siendo de aproximadamente el 0,045% en peso del polvo recubierto.) Después de eso, se mezcló mediante agitación con el 0,2% en peso de un oligómero de un aminoalquil-alcoxilsilano (Dynasylan®1146, Evonik Ind.). La composición se mezcló adicionalmente con el 0,2% en peso de un polvo fino de óxido de bismuto (III). Se usaron polvos correspondientes sin modificación de la superficie usando silano y bismuto, respectivamente, para hacer la comparación (A3, A4, A5). Los polvos se mezclaron finalmente con un lubricante particulado, EBS, antes de la compactación. La cantidad del lubricante usado fue del 0,3% en peso de la composición.

30

35 Se compactaron de manera uniaxial toroides magnéticos con un diámetro interno de 45 mm y un diámetro externo de 55 mm y una altura de 5 mm en una única etapa a dos presiones de compactación diferentes, 800 y 1100 MPa, respectivamente; temperatura de troquel de 60°C. Tras la compactación, se calentaron las partes a 650 °C durante 30 minutos en nitrógeno. Se trataron los materiales de referencia A6 y A8 a 530°C durante 30 minutos en aire y se trató el material de referencia A7 a 530°C durante 30 minutos en vapor de agua. Los toroides obtenidos tratados térmicamente se enrollaron con 100 vueltas de sentido y 100 vueltas de impulso. Las mediciones magnéticas se midieron en muestras de toroides que tenían 100 vueltas de impulso y 100 vueltas de sentido usando un gráfico de histéresis Brockhaus. La pérdida de núcleo total se midió a 1 Tesla, 400 Hz y 1000 Hz, respectivamente. La Resistencia a la Rotura Transversal (TRS) se midió según la ISO 3995. La resistividad eléctrica específica se midió en las muestras de anillo por un método de medición de cuatro puntos.

40

45

La siguiente tabla 1 muestra los resultados obtenidos:

Tabla 1.

| Muestra | Densidad (g/cm ³) | Resistividad ($\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$) | B a 10 kA/m (T) | Permeabilidad máxima | Pérdida de núcleo/ciclo a 1T y 200 Hz (W/kg) | Pérdida por DC/ciclo a 1T y 1 kHz (W/kg) | Pérdida de núcleo/ciclo a 1T y 1kHz (W/kg) | TRS (MPa) |
|---|-------------------------------|---|-----------------|----------------------|--|--|--|-----------|
| A1. (800 MPa) | 7,47 | 480 | 1,54 | 580 | 16 | 71 | 108 | 60 |
| A2. (1100 MPa) | 7,56 | 530 | 1,59 | 610 | 14 | 68 | 105 | 60 |
| A3. sin fosfato (1100 MPa) | 7,57 | 65 | 1,61 | 650 | 23 | 69 | 124 | 65 |
| A4. sin resina (1100 MPa) | 7,57 | 100 | 1,60 | 570 | 17 | 68 | 116 | 40 |
| A5. sin Bi ₂ O ₃ (1100 MPa) | 7,57 | 120 | 1,60 | 580 | 17 | 69 | 116 | 70 |

| | | | | | | | | |
|---|------|-----|------|-----|----|----|-----|-----|
| A6. Somaloy®700 (el 0,4% de Kenolube®; 800 MPa) | 7,48 | 400 | 1,53 | 650 | 20 | 97 | 131 | 41 |
| A7. Somaloy®3P (el 0,3% de Lube*; 1100 MPa) | 7,63 | 290 | 1,64 | 750 | 21 | 94 | 132 | 100 |
| A8. Somaloy®3P (el 0,3% de Lube*; 1100 MPa) | 7,63 | 320 | 1,65 | 680 | 19 | 88 | 124 | 60 |

* Lubricante: el sistema de lubricación de materiales Somaloy®3P.

5 Las propiedades magnéticas y mecánicas se ven afectadas negativamente si se excluye una o más de las capas de recubrimiento. Dejar fuera la capa basada en fosfato dará una resistividad eléctrica más baja, por tanto, pérdidas de núcleo (pérdidas por corrientes parásitas) elevadas (A3). Dejar fuera el compuesto orgánico de metal dará o bien resistividad eléctrica más baja o bien resistencia mecánica más baja (A4, A5).

10 En comparación con material de referencia existente, tales como Somaloy®700 o Somaloy®3P obtenidos de Höganäs AB, Suecia (A6-A8), los materiales compuestos A1 y A2 pueden tratarse térmicamente a una temperatura más alta disminuyendo de ese modo la pérdida por histéresis (pérdida por DC/ciclo) considerablemente.

Ejemplo 2

15 El ejemplo 2 ilustra el impacto de cantidades diferentes de una capa doble de recubrimiento orgánica de metal, y el impacto de diferentes cantidades añadidas de un compuesto particulado metálico o semi-metálico en las propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas en partes tratadas térmicamente y compactadas producidas a partir de un polvo de hierro de 40 de malla que tiene una densidad aparente de aproximadamente 3,0 g/ml.

20 Se usó la misma base de polvo que en el ejemplo 1 que tenía la misma capa aislante basada en fósforo. Se mezcló este polvo mediante agitación con cantidades diferentes de, en primer lugar, un aminoalquil-alcoxi-silano básico (Dynasylan®Ameo) y después de eso, con un oligómero de un aminoalquil/alquil-alcoxi-silano (Dynasylan®1146), usando una relación 1:1, ambos producidos por Evonik Ind. La composición se mezcló adicionalmente con cantidades diferentes de un polvo fino de óxido de bismuto (III) (>99% en peso; D₅₀ ~0,3 µm). Se mezcló la muestra C6 con Bi₂O₃ con pureza inferior y tamaño de partícula más grande (>98% en peso; D₅₀ ~5 µm). Los polvos se mezclaron finalmente con cantidades diferentes de cera de amida (EBS) antes de la compactación a 1100 MPa. Las composiciones en polvo se procesaron adicionalmente tal como se describe en el ejemplo 1. Los resultados se presentan en la tabla 2 y muestran el efecto en las propiedades magnéticas y resistencia mecánica (TRS).

Tabla 2

| Muestra | Compuesto orgánico de metal tot. (% en peso) | Bi ₂ O ₃ (% en peso) | EBS (% en peso) | Densidad (g/cm ³) | Resistividad (µΩ·m) | B a 10 kA/m (T) | Permeabilidad máx. | Pérdida por AC a 1T, 1 kHz (W/kg) | Pérdida por DC a 1T y 1 kHz (W/kg) | TRS (MPa) |
|---------|--|--|-----------------|-------------------------------|---------------------|-----------------|--------------------|-----------------------------------|------------------------------------|-----------|
| C1 | 0,10 | 0,10 | 0,20 | 7,67 | 80 | 1,65 | 650 | 54 | 68 | 28 |
| C2 | 0,30 | 0,10 | 0,20 | 7,61 | 180 | 1,62 | 600 | 48 | 70 | 33 |
| C3 | 0,30 | 0,30 | 0,20 | 7,62 | 230 | 1,61 | 590 | 39 | 71 | 55 |
| C4 | 0,30 | 0,30 | 0,40 | 7,50 | 1200 | 1,52 | 410 | 38 | 82 | 53 |
| C5 | 0,20 | 0,20 | 0,30 | 7,57 | 620 | 1,59 | 620 | 35 | 68 | 60 |
| C6 | 0,20 | 0,20 | 0,30 | 7,57 | 220 | 1,60 | 570 | 41 | 0,20 | 0,20 |

35 Las muestras C1 a C5 ilustran el efecto de usar cantidades diferentes de un compuesto orgánico de metal, óxido de bismuto o lubricante. En la muestra C6, la resistividad eléctrica es más baja, pero la TRS se mejora ligeramente, en comparación con la muestra C5.

Ejemplo 3

El ejemplo 3 ilustra el impacto de cantidades y tipos diferentes de capas únicas o dobles de recubrimiento orgánicas de metal, y el impacto de diferentes cantidades añadidas de un compuesto particulado metálico o semi-metálico en

las propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas en partes tratadas térmicamente y compactadas producidas por un polvo de hierro de 40 de malla que tiene una densidad aparente de aproximadamente 3,0 g/ml.

- 5 Se usó la misma base en polvo que en el ejemplo 1 que tenía la misma capa aislante basada en fósforo, excepto para las muestras D10 (0,06% en peso de P) y D11 (0,015% en peso de P). Las muestras de polvo D1 a D11 se trataron adicionalmente según la tabla 3. Todas las muestras se mezclaron finalmente con el 0,3% en peso de EBS y se compactaron a 800 MPa. Después de eso, los componentes magnéticos suaves se trataron térmicamente a 650°C durante 30 minutos en nitrógeno.
- 10 Las muestras D1 a D3 ilustran que o bien la primera o bien la segunda capa orgánica de metal (2:1 ó 2:2) puede omitirse, pero se obtendrán los mejores resultados combinando ambas capas. Las muestras D4 y D5 ilustran polvos tratados previamente usando amoníaco diluido seguido por secado a 120°C, 1 h en aire. Los polvos tratados previamente se mezclaron adicionalmente con silanos oligoméricos amino-funcional, dando propiedades aceptables.
- 15 Las muestras D10 y D11 ilustran el efecto del contenido en fósforo de la capa 1. Dependiendo de las propiedades del polvo de base, tal como distribución de tamaño de partícula y morfología de partícula, hay una concentración óptima de fósforo (entre el 0,01% y el 0,15% en peso). La tabla 3 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 3.

20

| N.º | Compuesto orgánico de metal (capa 2:1) | Cantidad por peso | Compuesto orgánico de metal (capa 2:2) | Cantidad por peso | Compuesto particulado metálico o semi-metálico | Cantidad por peso | Densidad | Resistividad | Permeabilidad máx. | TRS (MPa) |
|---------|--|-------------------|---|-------------------|---|-------------------|----------|--------------|--------------------|-----------|
| D1 | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 700 | 560 | 62 |
| D2 | No | 0% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,3% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 500 | 540 | 55 |
| D3 | aminopropil-trialcoxisilano | 0,3% | No | 0% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 700 | 550 | 53 |
| D4 | Tratamiento previo * | 0% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,3% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 500 | 530 | 60 |
| D5 | Tratamiento previo * Y el 0,15% de MTMS ***** | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 450 | 535 | 60 |
| D6 | vinil-trietoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 140 | 450 | 43 |
| D7 | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de propil-alcoxisilano o dietoxi-silano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,42 | 160 | 480 | 55 |
| D8** | vinil-trietoxisilano | 0,15% | Oligómero de vinil/alquil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,41 | 26 | 350 | 21 |
| D9 | mercaptopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,47 | 600 | 565 | 60 |
| D10*** | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,46 | 350 | 525 | 61 |
| D11**** | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,48 | 200 | 605 | 60 |

* Tratamiento previo usando NH₃ en acetona seguido por secado a 120°C, 1h en aire.;

** no incluyendo un compuesto orgánico de metal en el que R₂ contiene al menos un grupo amino;

*** Capa 1 que contiene el 0,06% en peso de P;

**** Capa 1 que contiene el 0,015% en peso de P;

***** Metil-trimetoxi silano.

25

Ejemplo 4

El ejemplo 4 ilustra el impacto de cantidades y tipos diferentes de compuestos particulados metálicos o semi-metálicos en las propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas en partes tratadas térmicamente y compactadas producidas a partir de un polvo de hierro de 40 de malla que tiene una densidad aparente de aproximadamente 3,0 g/ml

Se usó la misma base de polvo que en el ejemplo 1 que tenía la misma capa aislante basada en fósforo. Todas las tres muestras se procesaron de forma similar que la muestra D1, excepto porque la adición del compuesto particulado metálico o semi-metálico es diferente. La muestra E1 ilustra que la resistividad eléctrica se mejora si se añade carbonato de calcio en una cantidad menor a óxido de bismuto (III). La muestra E2 demuestra el efecto de otro compuesto metálico suave, MoS₂. La tabla 4 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 4

| N.º | Compuesto orgánico de metal (capa 2:1) | Cantidad por peso | Compuesto orgánico de metal (capa 2:2) | Cantidad por peso | Compuesto particulado metálico o semi-metálico | Cantidad por peso | Densidad | Resistividad | Permeabilidad máx. | TRS (MPa) |
|-----|--|-------------------|--|-------------------|--|-------------------|----------|--------------|--------------------|-----------|
| E1 | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | Bi ₂ O ₃ /CaCO ₃ (3:1) (>99%, D50 0,3 µm) | 0,2% | 7,57 | 1050 | 560 | 65 |
| E2 | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | MoS ₂ (>99%, D50 1 µm) | 0,2% | 7,57 | 650 | 500 | 45 |
| E3 | aminopropil-trialcoxisilano | 0,15% | Oligómero de aminopropil/propil-alcoxisilano | 0,15% | SiO ₂ (>99%, D50 0,5 µm) | 0,2% | 7,57 | 45 | 630 | 23 |

A diferencia de la adición de compuestos duros y abrasivos con una dureza de Mohs menos de 3,5, la adición de compuestos duros y abrasivos con una dureza de Mohs bien por encima de 3,5, tal como corindón (Al₂O₃) o cuarzo (SiO₂) (E3), a pesar de ser nanopartículas, las propiedades magnéticas suaves y las propiedades mecánicas se verán influidas negativamente.

Ejemplo 5

El ejemplo 5 muestra el impacto de usar un polvo de hierro de 40 de malla que tiene diferente densidad aparente, dentro y fuera de la densidad aparente especificada (DA), en combinación con las demás características de la invención, en las propiedades eléctricas y magnéticas de la parte tratada térmicamente y compactada. El polvo de partida usado tenía una densidad aparente de aproximadamente 3,0 g/ml.

Un polvo atomizado por agua basado en hierro que tiene un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 220 µm y menos del 5% de las partículas que tienen un tamaño de partícula por debajo de 45 µm (polvo de 40 de malla). Se trituroó este polvo, que es un polvo de hierro puro. Se dio a conocer tres densidades aparentes diferentes, es decir, 3,04, 3,32 y 3,50 g/ml, denominadas E1, E2 y E3, respectivamente. Las tres muestras se proporcionaron además con una capa basada en fósforo fina aislante eléctricamente (siendo el contenido en fósforo de aproximadamente el 0,045% por peso del polvo recubierto). Después de eso, las muestras se mezclaron mediante agitación con el 0,3% en peso de un aminoalquil-alcoxi-silano básico (Dynasylan@Ameo) y en segundo lugar, un oligómero de un aminoalquil-alcoxi-silano (Dynasylan@1146), usando una relación 1:1, ambos producidos por Evonik Ind. Las composiciones se mezclaron adicionalmente con el 0,2% en peso de un polvo fino de óxido de bismuto (III) (>98% en peso; D50~5 µm). Las composiciones se mezclaron adicionalmente con cera de amida (EBS) usando el 0,3% en peso y se procesaron tal como se describe en el ejemplo 1 usando 1100 MPa; temperatura del troquel de 60°C. El tratamiento térmico se realizó a 650°C durante 30 minutos en nitrógeno. Las pruebas se realizaron según el ejemplo 1. La tabla 5 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 5.

| Muestras | DA (g/ml) | Densidad de anillo (g/cm ³) | Resistividad de anillo (µOhm*m) | B a 10 kA/m (T) | Pérdida de núcleo a 1T y 200 Hz | Pérdida de núcleo a 1T y 1 kHz (W/kg) Sección | Pérdida de núcleo a 1T y 2 kHz (W/kg) Sección | Pérdida de núcleo a 1T y 1 kHz (W/kg) Sección |
|----------|-----------|---|---------------------------------|-----------------|---------------------------------|---|---|---|
|----------|-----------|---|---------------------------------|-----------------|---------------------------------|---|---|---|

| | | | | | | | | |
|----|------|------|-------|------|--------|------------------------|------------------------|--------------------------|
| | | | | | (W/kg) | transversal* 5X5 mm | transversal* 5X5 mm | transversal* 20X20 mm |
| E1 | 3,04 | 7,56 | 530 | 1,59 | 14,0 | 105,0 | 215,0 | 132,0 |
| E2 | 3,32 | 7,56 | 6000 | 1,58 | 14,0 | 104,5 | 210,0 | 106,0 |
| E3 | 3,50 | 7,55 | 12000 | 1,57 | 14,1 | 104,3 | 209,5 | 105,7 |

* Área transversal más grande de la parte compactada que porta el flujo magnético.

5 Como se observa en la tabla 5, la resistividad y pérdida de núcleo pueden mejorarse dramáticamente si se aumenta la DA del polvo de base. La resistividad eléctrica de la parte compactada se mejora para DA más alta, lo que da como resultado pérdida de núcleo mejorada a frecuencias de operación más altas (2kHz) y/o para componentes con secciones transversales más grandes (20x20 mm).

10 Ejemplo 6

El ejemplo 6 muestra el impacto de usar un polvo de hierro de 100 de malla que tiene diferente densidad aparente, dentro y fuera de la densidad aparente especificada, en combinación con las demás características de la invención, en las propiedades eléctricas y magnéticas de la parte tratada térmicamente y compactada. El polvo de partida usado tenía una densidad aparente de aproximadamente 3,0 g/ml.

15 Se trituró mecánicamente un polvo atomizado por agua basado en hierro que tenía un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 95 µm y el 10-30% menos de 45 µm (polvo de 100 de malla). Se presentaron cuatro densidades aparentes diferentes que oscilaban entre 2,96 y 3,57 g/ml. Las partículas de hierro, tras la trituración, se rodearon por un recubrimiento basado en fosfato aislante eléctricamente (el 0,060% de fósforo en peso del polvo recubierto). El polvo recubierto se mezcló adicionalmente mediante agitación con el 0,2% en peso de un aminoalquil-trialcoxi silano (Dynasytan®Ameo) y, después de eso, el 0,15% en peso de un oligómero de un aminoalquil/alquil-alcoxi-silano (Dynasytan®1146), ambos producidos por Evonik Ind. La composición se mezcló adicionalmente con el 0,2% en peso de un polvo fino de óxido de bismuto (III). Los polvos se mezclaron finalmente con un lubricante particulado, EBS, antes de la compactación. La cantidad del lubricante usado fue del 0,3% en peso de la composición. Las composiciones en polvo se procesaron adicionalmente tal como se describe en el ejemplo 1, excepto usando solo 1100 MPa y temperatura del troquel de 100°C. El tratamiento térmico se realizó a 665°C durante 35 minutos en nitrógeno. Las pruebas se realizaron según el ejemplo 1. La tabla 6 muestra los resultados obtenidos.

30 Tabla 6.

| Muestras | DA (g/ml) | Densidad de anillo [g/cm ³] | Resistividad de anillo [µOhm*m] | “Nueva curva” B a 10 kA/m [T] | Pérdida de núcleo a 1T y 400 Hz [W/kg] | Pérdida de núcleo a 1T y 1 kHz [W/kg] | Pérdida de núcleo a 0,1T y 10 kHz [W/kg] | Pérdida de núcleo a 0,2T y 5 kHz [W/kg] |
|----------|-----------|---|---------------------------------|-------------------------------|--|---------------------------------------|--|---|
| F1 | 2,96 | 7,51 | 73 | 1,51 | 38,2 | 115,6 | 36,8 | 48,9 |
| F2 | 3,18 | 7,50 | 520 | 1,51 | 35,5 | 101,2 | 22,8 | 34,3 |
| F3 | 3,39 | 7,49 | 6319 | 1,51 | 35,8 | 101,3 | 21,5 | 32,8 |
| F4 | 3,57 | 7,50 | 7744 | 1,50 | 36,6 | 103,4 | 22,2 | 33,6 |

35 Las propiedades magnéticas de pérdida de núcleo y resistividad de los polvos de 100 de malla pueden mejorarse significativamente si la densidad aparente del polvo de base se aumenta hasta al menos por encima de aproximadamente 3,3 g/ml. La pérdida de núcleo a frecuencias de operación más altas (>1 kHz) se disminuye considerablemente gracias a la resistividad eléctrica mejorada.

40 Ejemplo 7

El ejemplo 7 muestra el impacto de usar un polvo de hierro de 200 de malla que tiene diferente densidad aparente, dentro y fuera de la densidad aparente especificada, en combinación con las demás características de la invención, en las propiedades eléctricas y magnéticas de la parte tratada térmicamente y compactada. El polvo de partida usado tenía una densidad aparente de aproximadamente 3,0 g/ml.

45 Se trituró mecánicamente un polvo atomizado por agua basado en hierro que tenía un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 40 µm y el 60% menos de 45 µm (polvo de 200 de malla) y se presentan, por tanto, dos densidades aparentes diferentes. Las partículas de hierro se rodearon de ese modo por un recubrimiento basado en fosfato aislante eléctricamente (el 0,075% de fósforo en peso del polvo recubierto). El polvo recubierto se mezcló adicionalmente mediante agitación con el 0,25% en peso de un aminoalquil-trialcoxi silano (Dynasytan®Ameo) y, después de eso, el 0,15% en peso de un oligómero de un aminoalquil/alquil-alcoxi silano (Dynasytan®1146), ambos producidos por Evonik Ind. La composición se mezcló adicionalmente con el 0,3% en peso de un polvo fino de óxido

de bismuto (III). Los polvos se mezclaron finalmente con un lubricante particulado, EBS, antes de la compactación. La cantidad del lubricante usado fue del 0,3% en peso de la composición.

5 Las composiciones en polvo se procesaron adicionalmente tal como se describe en el ejemplo 1, excepto usando sólo 1100 MPa y temperatura del troquel de 100°C. El tratamiento térmico se realizó a 665°C durante 35 minutos en nitrógeno. Las pruebas se realizaron según el ejemplo 1. La tabla 7 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 7.

| Muestra | DA (g/ml) | Densidad de anillo H5mm (g/cm ³) | Resistividad de anillo (μOhm·m) | B a 10 kA/m (T) | Pérdida de núcleo a 1T y 100 Hz (W/kg) | Pérdida de núcleo a 0,1T y 10 kHz (W/kg) | Pérdida de núcleo a 0,2T y 5 kHz (W/kg) |
|---------|-----------|--|---------------------------------|-----------------|--|--|---|
| G1 | 3,01 | 7,40 | 300 | 1,36 | 9,2 | 35,0 | 55,0 |
| G2 | 3,45 | 7,40 | 6000 | 1,36 | 9,1 | 17,0 | 27,6 |

10 La resistividad y pérdida de núcleo de polvos de 200 de malla pueden mejorarse significativamente si la densidad aparente del polvo de base se aumenta hasta al menos por encima de aproximadamente 3,4 g/ml. La pérdida de núcleo a frecuencias de operación más altas (>1 kHz) se disminuye considerablemente gracias a la resistividad eléctrica mejorada.

15

REIVINDICACIONES

1. Composición ferromagnética en polvo que comprende partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves que tienen una densidad aparente de 3,4-3,6 g/ml, y en la que la superficie de las partículas de núcleo se proporciona con una capa aislante inorgánica basada en fósforo, y al menos una capa orgánica de metal situada en el exterior de la primera capa aislante inorgánica basada en fósforo de un compuesto orgánico de metal que tiene la siguiente fórmula general:
- $$R_1[(R_1)_x(R_2)_y(MO_{n-1})]_n R_1$$
- en la que M es un átomo central seleccionado de Si, Ti, Al o Zr;
O es oxígeno;
- R₁ es un grupo alcoxilo que tiene menos de 4 átomos de carbono;
R₂ es un resto orgánico y en la que al menos un R₂ contiene al menos un grupo amino;
en la que n es el número de unidades de repetición siendo un número entero entre 1 y 20;
en la que la x es un número entero entre 0 y 1;
en la que y es un número entero entre 1 y 2.
2. Composición según la reivindicación 1, en la que R₁ es un grupo alcoxilo que tiene menos de 3 átomos de carbono.
3. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en la que un compuesto particulado metálico o semi-metálico que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5 estando adherido a dicha al menos una capa orgánica de metal.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que dicha composición en polvo comprende además un lubricante particulado.
5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en la que dicho compuesto orgánico de metal en una capa orgánica de metal es un monómero (n=1).
6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en la que dicho compuesto orgánico de metal en una capa orgánica de metal es un oligómero (n=2-20).
7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 5-6, en la que R₂ incluye 1-6, preferiblemente 1-3 átomos de carbono.
8. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 5-6, en la que el grupo R₂ del compuesto orgánico de metal incluye uno o más heteroátomos seleccionados del grupo que consiste en N, O, S y P.
9. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2, o 5-6, en la que R₂ incluye uno o más de los siguientes grupos funcionales: amina, diamina, amida, imida, epoxi, mercapto, disulfuro, cloroalquilo, hidroxilo, óxido de etileno, ureido, uretano, isocianato, acrilato, acrilato de glicerilo.
10. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 5-9, en la que el compuesto orgánico de metal es un monómero seleccionado de titanatos, aluminatos, zirconatos o silanos de dialcoxilo y trialcoxilo.
11. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 5-9, en la que el compuesto orgánico de metal es un oligómero seleccionado de oligómeros de alquil/alcoxilo terminados en alcoxilo de silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos.
12. Composición según la reivindicación 6, en la que el oligómero del compuesto orgánico de metal se selecciona de amino-siloxanos, 3-aminopropil-alcoxi-silano oligomérico, 3-aminopropil/propil-alcoxi-silano, N-aminoetil-3-aminopropil-alcoxi-silano, N-aminoetil-3-aminopropil/metil-alcoxi-silano o amino-silsesquioxanos terminados en alcoxilo o mezclas de los mismos.
13. Composición según la reivindicación 3, en la que el compuesto particulado metálico o semi-metálico es bismuto, o preferiblemente óxido de bismuto (III).
14. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que la densidad aparente del polvo

de base se ha aumentado entre al menos el 7-25% mediante la trituración, molienda u otros procedimientos que alterarán físicamente la superficie irregular.

- 5 15. Procedimiento para la preparación de una composición ferromagnética en polvo que comprende recubrir las partículas de núcleo basadas en hierro magnético suaves que tienen una densidad aparente de 3,4-3,6 g/ml con una capa aislante inorgánica basada en fósforo de modo que la superficie de las partículas de núcleo están aisladas eléctricamente; y
- 10 a) mezclar dichas partículas de núcleo basadas en hierro magnéticas suaves aisladas por una capa aislante inorgánica basada en fósforo con un compuesto orgánico de metal según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 y 5-9;
- 15 b) mezclar opcionalmente las partículas obtenidas con un compuesto orgánico de metal adicional según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 5-9.
16. Procedimiento según la reivindicación 15, que comprende además la etapa de:
- 20 c) mezclar el polvo con un compuesto particulado metálico o semi-metálico que tiene una dureza de Mohs de menos de 3,5,
- la etapa c puede opcionalmente, además de después de la etapa b, realizarse antes de la etapa b, o en lugar de después de la etapa b, realizarse antes de la etapa b.
- 25 17. Procedimiento según la reivindicación 15 ó 16, que comprende además la etapa de:
- d) mezclar el polvo con un lubricante particulado.
18. Composición ferromagnética en polvo que puede obtenerse según las reivindicaciones 15-17.
- 30 19. Procedimiento para la preparación de materiales compuestos magnéticos suaves que comprende:
- 35 a) compactar de manera uniaxial una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-14 en un troquel a una presión de compactación de al menos aproximadamente 600 MPa;
- b) calentar previamente, de manera opcional, el troquel hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del lubricante particulado añadido;
- 40 c) expulsar el cuerpo verde obtenido; y
- d) tratar térmicamente el cuerpo a una temperatura de entre 550-750°C a vacío, en atmósferas inertes no reductoras de N₂H₂ o débilmente oxidantes.
- 45 20. Material compuesto magnético suave tratado térmicamente y compactado preparado según la reivindicación 19 que tiene un contenido de P de entre el 0,01-0,1% en peso del componente, un contenido de Si añadido al polvo de base de entre el 0,02-0,12% en peso del componente, y un contenido de Bi de entre el 0,05-0,35% en peso del componente.