

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 601 603**

51 Int. Cl.:

C22C 33/02	(2006.01)
B22F 1/02	(2006.01)
B22F 3/12	(2006.01)
C22C 38/16	(2006.01)
B22F 9/04	(2006.01)
C22C 9/06	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.12.2009 PCT/SE2009/051434**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.07.2010 WO10074634**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2009 E 09835345 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.08.2016 EP 2379764**

54 Título: **Método para producir un polvo a base de hierro o de hierro aleado por difusión y composición que incluye este polvo**

30 Prioridad:

23.12.2008 SE 0802666
23.12.2008 US 140093 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.02.2017

73 Titular/es:

HÖGANÄS AB (PUBL) (100.0%)
263 83 Höganäs, SE

72 Inventor/es:

LARSSON, MATS

74 Agente/Representante:

GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro

ES 2 601 603 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

5 Método para producir un polvo a base de hierro o de hierro aleado por difusión y composición que incluye este polvo

CAMPO TÉCNICO

10 En general, la presente invención se refiere a un nuevo polvo a base de hierro o de hierro aleado por difusión adecuado para preparar componentes metalúrgicos de polvo sinterizado a partir del mismo, así como a un método para producir el nuevo polvo.

15 Más específicamente, la invención se refiere a un método nuevo para producir un polvo de aleación por difusión consistente en un polvo de núcleo de hierro o a base de hierro que tiene partículas de un polvo de aleación conteniendo cobre y níquel unidas a la superficie de las partículas del núcleo

20 La invención también se refiere a un polvo de núcleo de hierro o a base de hierro aleado por difusión que tiene partículas de un polvo de aleación unidas a la superficie de las partículas del núcleo.

Además, la invención se refiere a una composición de polvo a base de hierro o de hierro aleado por difusión.

TÉCNICA ANTECEDENTE

25 Una ventaja principal de los procedimientos metalúrgicos en polvo sobre la técnica convencional, tal como forjado o colado, es que los componentes de complejidad variada pueden fabricarse por prensado y sinterizado en su forma final, requiriendo una mecanización relativamente limitada. Por lo tanto, es de suma importancia que el cambio dimensional durante la sinterización sea predecible y que la variación en el cambio dimensional de pieza a pieza sea lo más pequeña posible. Esto es especialmente importante en el caso de acero de alta resistencia, que es difícil de mecanizar después de sinterizar.

30 En consecuencia, son preferidos los materiales y procedimientos que determinan poco cambio dimensional durante la sinterización, ya que un cambio dimensional entre la pieza compactada y la sinterizada casi de cero conduce de forma inherente a una variación reducida en el cambio dimensional de pieza a pieza.

35 Con el fin de lograr valores suficientemente altos de propiedades mecánicas, tales como resistencia a la tensión, tenacidad, dureza y resistencia a la fatiga, se utilizan distintos elementos de aleación y sistemas de aleación.

40 Un elemento de aleación comúnmente utilizado es el carbono, que incrementa efectivamente la resistencia y dureza del componente sinterizado. El carbono casi siempre se agrega como polvo de grafito y se mezcla con el polvo a base de hierro antes de la compactación, ya que la capacidad de compresión del polvo a base de hierro podría arruinarse debido al efecto de dureza del carbono si el elemento se prealeara al polvo a base de hierro.

45 Otro elemento comúnmente utilizado es el cobre, que también mejora la capacidad de dureza del componente sinterizado y además promueve la sinterización, ya que una fase líquida que mejora la difusión se forma a las temperaturas de sinterización. Un problema cuando se utiliza cobre en partículas es que provoca una hinchazón durante la sinterización.

50 El níquel es otro elemento comúnmente utilizado por su efecto aumentador de la dureza y también por su efecto positivo en tenacidad y alargamiento. El níquel provoca encogimiento durante la sinterización, agregado como material en partículas así como agregado en una condición pre-aleada al polvo a base de hierro.

55 El cobre y el níquel pueden ser agregados como elementos prealeados y como materiales en partículas. La ventaja de agregar cobre y níquel como materiales en partículas es que la capacidad de compresión del polvo a base de hierro más blando no resultará afectará en comparación a cuando los elementos de aleación se prealean. Sin embargo, un inconveniente es que los elementos de aleación, que en la mayoría de los casos son considerablemente más finos que el polvo a base de hierro, tienden a segregarse en la mezcla provocando variaciones en la composición química y las propiedades mecánicas de los componentes sinterizados. Por lo tanto, se han inventado varios métodos con el fin de evitar la segregación pero manteniendo la capacidad de compresión del polvo base.

60 La aleación por difusión es uno de tales métodos, el cual comprende mezclar elementos de aleación en partículas finas, en estado de metal u óxido, con el polvo a base de hierro seguido por un paso de recocido en tales condiciones que los metales de aleación se difundan en la superficie del polvo a base de hierro. El resultado es un polvo parcialmente aleado que tiene buena capacidad de compresión y se evita que los elementos de aleación se segreguen. Sin embargo, el carbono es un elemento que no es posible alea por difusión debido a su alto índice de difusión.

Otro método desarrollado, por ejemplo descrito en US 5,926,686 (Engström et al.), utiliza aglutinantes orgánicos que crean una unión "mecánica" entre el polvo base y los elementos de aleación. Este método es adecuado también para unir el grafito, evitando así la segregación del carbono.

5

Una pluralidad de polvos a base de hierro aleados por difusión, que utilizan el efecto de aleación del cobre y/o el níquel, se han sugerido en la literatura de patentes. Ejemplos de los mismos se encuentran en los siguientes documentos.

10 US 5567890 (Lindberg et al.) describe un polvo a base de hierro para producir componentes altamente resistentes con una variación local pequeña en el cambio dimensional. El polvo contiene 0.5-4.5% en peso de Ni, 0.65-2.25% en peso de Mo, y 0.35-0.65% en peso de C. En una realización preferida, el Ni es aleado por difusión a un polvo a base de hierro prealeado con Mo, siendo el polvo mezclado con grafito.

15 US 2008/0089801 (Larsson) describe una combinación de polvo de metal que comprende un polvo a base de hierro A, que consiste esencialmente en partículas del núcleo prealeadas con Mo y que tienen 6-15% de Cu unido por difusión a la superficie, un polvo B que consiste esencialmente en partículas del núcleo prealeadas con Mo y que tienen 4.5-8% de Ni unido a la superficie del mismo, y un polvo a base de hierro C que consiste esencialmente en un polvo de hierro prealeado con Mo. La combinación del polvo permite la producción de partes sinterizadas, en donde el cambio dimensional durante la sinterización es independiente de la cantidad de grafito agregado.

20 JP 6116601 describe un polvo que es adecuado para la producción de partes sinterizadas que tienen una resistencia mecánica dinámica y estática elevada y baja variación del cambio dimensional durante la sinterización. El polvo consiste en un polvo a base de hierro, que tiene al menos uno de los componentes 0.1-2.5% de Mo, 0.5-5.0% de Ni, y 0.5-3.0% de Cu, unidos por difusión a la superficie de las partículas de hierro.

25 JP 2145702 describe un polvo de hierro de alta pureza que tiene al menos dos de los componentes 0.5-1.0 de polvo de Mo, 6-8% de polvo de Ni y hasta 2% de polvo de Cu, unidos por difusión a la superficie del polvo de hierro. El polvo es adecuado para la producción de cuerpos sinterizados que tienen alta resistencia mecánica.

30 JP 2217401 describe una composición de polvo a base de hierro obtenida al mezclar dos polvos: [1] una aleación producida al agregar polvos de metal para obtener un índice de mezclado de 0.1-5% de Ni y 0.1-2% de Cu y recocida y [2] una aleación producida al agregar una aleación de Ni-Cu a un polvo de hierro reducido para obtener un índice de mezclado de 0.1-5% de Ni y 0.1-2% de Cu y recocida. El cambio dimensional de las partes sinterizadas hechas a partir del polvo varía en función de los índices de mezclado.

35 JP 61104052 divulga un método para producir una aleación sinterizada ferrosa de alta resistencia.

40 RESUMEN DE LA INVENCION

Un objeto de la invención es proporcionar un nuevo método para producir un polvo de núcleo de hierro o a base de hierro que contiene cobre y níquel unidos por difusión, que cuando se compacta y sinteriza muestra expansión reducida y un mínimo de dispersión del cambio dimensional durante la sinterización, con relación a las variaciones en el contenido de carbono y la temperatura de sinterización.

45 Las variaciones en el contenido de carbono y de las temperaturas de sinterización normalmente ocurren en la producción industrial. De este modo, la presente invención proporciona un método para reducir sustancialmente el impacto de dichas variaciones.

50

Además, un objeto de la invención es proporcionar un nuevo polvo de núcleo de hierro o a base de hierro unido por difusión que tenga partículas de un polvo de aleación unido a la superficie de las partículas del núcleo, que cuando se compacta y sinteriza muestra una expansión reducida y un mínimo de dispersión del cambio dimensional durante la sinterización, con relación a las variaciones en el contenido de carbono y las temperatura de sinterización.

55

Además, es un objeto de la invención proporcionar una nueva composición de polvo de hierro o a base de hierro aleado por difusión para fabricación metalúrgica en polvo de piezas compactadas y sinterizadas y que tenga un mínimo de cambio dimensional durante el procedimiento de sinterización.

60

Una pieza compactada y sinterizada puede ser producida a partir de la composición de polvo a base de hierro aleado por difusión, que presente un mínimo de variación del cambio dimensional de componente a componente.

65 De acuerdo con la presente invención estos objetos se logran al proporcionar un polvo unitario de aleación capaz de formar partículas de una aleación que contiene Cu y Ni, mezclando el polvo unitario de aleación con el polvo de núcleo, y calentado los polvos mezclados en una atmósfera reductora o no oxidante a una temperatura de 500-1000°C durante un período de 10-120 minutos para convertir el polvo de aleación en una aleación que

ES 2 601 603 T3

5 contiene Cu y Ni para unir por difusión partículas de la aleación de Cu y Ni a la superficie del polvo de núcleo de hierro o a base de hierro. Preferiblemente, el contenido total de Cu y Ni está por debajo de 20% en peso, tal como entre 1-20% en peso, preferiblemente 4-16% en peso. Preferiblemente el contenido de Cu está por encima del 4.0% en peso. En una realización preferida, el contenido de Cu se encuentra entre 5 - 15% en peso y el contenido de Ni está entre 0.5 - 5%, tal como Cu 8 - 12% en peso y Ni 1 - 4.5% en peso.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona el método de la reivindicación 1.

10 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona el polvo aleado por difusión de la reivindicación 7.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona la composición de polvo a base de hierro o de hierro aleado por difusión de la reivindicación 10.

15 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona la composición de polvo a base de hierro de la reivindicación 11.

20 El término "polvo unitario" en este contexto designa un polvo, cuyas partículas separadas contienen tanto Cu como Ni. De este modo, no es una mezcla de partículas en polvo que contienen Cu y otras partículas en polvo que contienen Ni, sino por ejemplo partículas de polvo de aleación que comprenden tanto Cu como Ni o partículas de polvo complejo en donde diferentes tipos de partículas se unen entre sí para formar partículas complejas cada una de las cuales comprende tanto Cu como Ni.

25 El polvo de aleación puede ser una aleación de Cu y Ni, óxido, carbonato u otro compuesto adecuado que al calentarse formará una aleación de Cu y Ni. La distribución de tamaño de partícula del polvo de aleación de Cu y Ni es tal que D_{50} es menor a 15 μm , y la relación Cu/Ni en % en peso está entre 9/1 y 3/1.

30 Sorprendentemente se ha encontrado que, un mínimo de cambio dimensional durante la sinterización de un polvo a base de hierro compactado que contiene los elementos de aleación cobre y níquel puede lograrse siempre que el cobre y el níquel estén presentes en un polvo unitario de aleación que comprenda tanto el cobre como el níquel, que se alean por difusión a las partículas de polvo a base de hierro.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

35 A continuación, la invención se describirá con mayor detalle con referencia a las realizaciones preferidas y los dibujos anexos.

40 La Figura 1 es un diagrama que muestra la dureza HV10 de muestras prensadas y sinterizadas como una función de la relación de Cu a Ni en varios tamaños de partícula promedio D_{50} de los polvos de aleación.

45 La Figura 2 es un diagrama que muestra la resistencia a la tensión (MPa) de muestras prensadas y sinterizadas como una función de la relación de Cu a Ni en varios tamaños de partícula promedio D_{50} de los polvos de aleación.

La Figura 3 es un diagrama que muestra la dispersión del cambio dimensional de las muestras durante la sinterización como una función de la relación de Cu a Ni en varios tamaños de partícula promedio D_{50} de los polvos de aleación.

50 MODOS DE DESARROLLO DE LA INVENCION

Polvo base para producir el polvo aleado por difusión

55 El polvo base preferiblemente es un polvo a base de hierro puro tal como AHC100.29, ASC100.29 y ABC100.30 disponibles en Höganäs AB, Suecia. Sin embargo, también pueden utilizarse otros polvos a base de hierro prealeado.

Tamaño de partícula del polvo base

60 No existen restricciones en cuanto al tamaño de partícula del polvo base y, en consecuencia, tampoco para el polvo a base de hierro aleado por difusión. Sin embargo, se prefiere utilizar un tamaño de partícula del polvo normalmente utilizado dentro de la industria de PM.

Polvo unitario de aleación que contiene cobre y níquel

65 La sustancia de aleación que contiene cobre y níquel que se adhiere a la superficie del polvo a base de hierro puede estar en forma de una aleación metálica, un óxido o un carbonato o en cualquier otra forma que resulte de un polvo a base de hierro de acuerdo con la presente invención. La relación entre cobre y níquel, Ni (% en

ES 2 601 603 T3

peso)/Cu (% en peso) preferiblemente está entre 1/3 y 1/9 en la sustancia de aleación que contiene cobre y níquel. Si la relación en peso entre Ni y Cu está por encima de 1/3, el efecto en dureza y resistencia al rendimiento será inaceptable y si la relación está por debajo de 1/9 la dispersión del cambio dimensional en función del variado contenido de carbono y la temperatura de sinterización será demasiado elevada, por encima de 0.035% en peso de acuerdo con la metodología descrita en la presente.

El tamaño de partícula del polvo de aleación que contiene cobre y níquel preferiblemente es tal que D_{50} , lo que significa que 50% en peso del polvo tiene un tamaño de partícula menor al valor D_{50} , preferiblemente menor a 15 μm , más preferiblemente menor a 13 μm , y aún más preferiblemente menor a 10 μm .

Producción del nuevo polvo

El polvo base y el polvo de aleación que contiene cobre y níquel se mezclan en tales proporciones que el contenido total de cobre y níquel en el nuevo polvo será a lo sumo de 20% en peso, preferiblemente entre 1% y 20% en peso, y más preferiblemente entre 4% y 16% en peso. Preferiblemente el contenido de Cu está por encima de 4.0% en peso. En una realización preferida, el contenido de Cu está entre 5-15% en peso y el contenido de Ni está entre 0.5-5%, tal como Cu 8-12% en peso y Ni 1-4.5% en peso.

Un bajo contenido, tal como un contenido por debajo de 1% en peso se considera demasiado bajo con el fin de obtener las propiedades mecánicas deseadas del componente sinterizado. Si el contenido del polvo de aleación que contiene cobre y níquel excede el 20%, la unión del polvo de aleación al polvo base será insuficiente e incrementará el riesgo de segregación.

La mezcla homogénea se somete entonces a un procedimiento de recocido por difusión, en donde el polvo se calienta en una atmósfera reductora hasta una temperatura de 500-1000°C durante un periodo de 10-120 minutos. El polvo unido por difusión obtenido, en forma de una torta débilmente sinterizada, se tritura entonces suavemente.

Producción de componentes sinterizados

Antes de la compactación, el nuevo polvo se mezcla con grafito, hasta 1% en peso dependiendo del uso previsto para el componente acabado, lubricantes orgánicos hasta 2% en peso, preferiblemente de entre 0.05 a 1% en peso, opcionalmente otras sustancias de aleación, materiales de fase dura y lubricantes sólidos inorgánicos que proporcionan propiedades lubricantes del componente acabado.

El lubricante orgánico reduce la fricción interparticular entre las partículas individuales y también la fricción entre la pared del molde y el polvo comprimido o el cuerpo comprimido expulsado durante la compactación y la expulsión.

Los lubricantes sólidos pueden elegirse del grupo de estearatos, tal como estearato de zinc, amidas o bis-amidas tal como etilen-bis-estearamida, ácidos grasos tales como ácido esteárico, Kenolube®, otras sustancias orgánicas o combinaciones de las mismas, que tienen propiedades lubricantes adecuadas.

El nuevo polvo puede ser diluido con un polvo de hierro puro o un polvo a base de hierro con el fin de obtener una composición en polvo a base de hierro en la cual los contenidos de cobre y níquel totales no excedan el 5% en peso de la composición, tal como entre 0.5% y 4.5% en peso o entre 1.0% y 4.0% en peso, ya que un contenido por encima del 5% en peso puede no contribuir efectivamente en cuanto al coste a la mejora de las propiedades deseadas mejoradas. La relación entre el cobre y el níquel en la aleación diluida, Ni (% en peso)/Cu (% en peso) preferiblemente está entre 1/3 y 1/9.

La composición en polvo de hierro obtenida se transfiere a un molde de compactación y se compacta a temperatura ambiente o elevada en un cuerpo "crudo" compactado a una presión de compactación de hasta 2000 MPa, preferiblemente de entre 400-1000 MPa.

La sinterización del cuerpo crudo se realiza en una atmósfera no oxidante, a una temperatura de entre 1000 a 1300°C, preferiblemente entre 1050-1250°C.

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

Ejemplo 1

Tres muestras de polvos a base de hierro unidos por difusión fueron producidas al mezclar primero diferentes polvos de aleación, óxido cuproso Cu_2O , Cu_2O + polvo de Ni y un polvo que contiene Cu y Ni con un polvo de hierro, ASC100.29.

ES 2 601 603 T3

Las mezclas de polvo mezclado de manera homogénea fueron recocidas por difusión a 800°C durante 60 minutos en una atmósfera de 75% de hidrógeno/ 25% de nitrógeno. Después del recocido por difusión, las tortas en polvo débilmente sinterizadas fueron trituradas suavemente y tamizadas a un tamaño de partícula por debajo de 150 µm.

5

Tabla 1

Polvo a base de hierro recocido por difusión	Polvo de aleación usado	Relación de Cu/Ni del polvo de aleación	D50 del polvo de aleación [µm]	Contenido de Cu en diferentes polvos recocidos [%]	Contenido de Ni en diferentes polvos recocidos [%]
1 (referencia)	Cu ₂ O	100/0	8.8	10	0
2 (referencia)	Cu ₂ O + Ni	100/0 0/100	8.8 8.5	9	1
3 (invención)	Polvo de aleación de Cu-Ni	9/1	8.5	9	1

10 La Tabla 1 muestra el tamaño de partícula, D₅₀, y la relación de Cu y Ni de los polvos de aleación, así como el contenido de Cu y Ni de los polvos recocidos por difusión. El tamaño de partícula promedio, D₅₀, fue analizado por difracción de láser en un instrumento Sympatec.

15 Se produjeron tres composiciones en polvo a base de hierro que consistían en 20% en peso de los polvos a base de hierro recocidos por difusión 1, 2 y 3, respectivamente, 0.5% en peso de grafito C- UF4 y 0.8% en peso de Amide Wax PM balanceado por ASC100.29, mezclando homogéneamente los componentes.

20 Las diferentes composiciones fueron compactadas a 600 MPa en siete muestras resistentes a la tracción, de cada composición, de acuerdo con ISO 2740. Las muestras fueron sinterizadas a 1120°C durante 30 minutos en una atmósfera de 90% nitrógeno/10% hidrógeno. Se midieron el cambio de dimensiones así como las propiedades mecánicas de acuerdo con ISO 4492 y EN 10 002-1. Se midió la dureza, HV10, de acuerdo con ISO 4498.

Tabla 2

Diferentes polvos recocidos a base de hierro usados en la composición en polvo a base de hierro	Cambio dimensional, valor promedio de 7 muestras [%]	Cambio dimensional, desviación estándar de 7 muestras [%]	Resistencia a la tracción [MPa]	Elongación [%]	Dureza [HV 10]
1 (referencia)	0.34	0.007	437	3.2	135
2 (referencia)	0.29	0.006	436	3.6	139
3 (invención)	0.22	0.004	424	3.8	135

25

La Tabla 2 muestra que una reducción sustancial del cambio dimensional entre la pieza compactada y sinterizada, así como de la variación del cambio dimensional entre diferentes piezas, se obtiene cuando se utiliza la difusión del polvo a base de hierro recocido de la invención.

30 La referencia 2 muestra que cuando se utilizan óxido de cobre y polvo de níquel para hacer el polvo aglutinado por difusión, se reduce la hinchazón durante la sinterización. La muestra 3 de acuerdo con la invención tiene los mismos contenidos de cobre y de níquel que la referencia 2, pero presenta una reducción mucho más pronunciada de la hinchazón y la dispersión.

Ejemplo 2

35 Varios tipos de polvo de aleación que contenía cobre/níquel de acuerdo con la Tabla 3, teniendo diferentes relaciones de cobre y níquel, así como diferentes distribuciones de tamaño de partícula, fueron utilizados como polvo de aleación que contiene cobre y níquel. Como referencia se utilizó un polvo de óxido de cobre, Cu₂O, disponible en American Chemet. Se analizó la distribución de tamaño de partícula por medio de difracción de láser en un instrumento Sympatec. Para simplificar la evaluación, los polvos que tenían D₅₀ inferior a 8.5 µm fueron designados como "finos", entre 8.5 µm y menos de 15.1 µm fueron designados como "medios" y más de 15.1 como "gruesos".

40

Tabla 3

Polvo recocido por difusión a base de hierro No.	Relación Cu/Ni	D50 μm
1 (referencia)	∞	8.8 (medio)
2	19	7.1 (fino)
3	19	9.9 (medio)
4	19	15.5 (grueso)
5	9	4.7 (fino)
6	9	10.1 (medio)
7	9	21.1 (grueso)
8	4	4.2 (fino)
9	4	8.5 (medio)
10	4	15.1 (grueso)
11	1	6.4 (fino)

5 Como polvo base, se utilizó un polvo de hierro puro, ASC100.29 disponible en Höganäs AB.

Se prepararon varias muestras que tenían un peso de 2 kg de polvo aglutinado por difusión, mezclando ASC100.29 con polvo de aleación que contenía cobre y níquel en proporciones dando un contenido total de cobre y níquel en el polvo recocido aglutinado por difusión de 10% en peso.

10 La muestra de referencia fue preparada mezclando el polvo de hierro con óxido de cobre dando un contenido total de cobre en el polvo recocido aglutinado por difusión de 10% en peso.

15 Las muestras de polvo mezcladas fueron recocidas en un horno de laboratorio a 800°C durante 60 minutos en una atmósfera de 75% hidrógeno/25% nitrógeno. Después de enfriarlas, las tortas obtenidas débilmente sinterizadas fueron molidas suavemente y tamizadas a un tamaño de partícula sustancialmente menor a 150 μm .

20 Se produjeron treinta y tres composiciones de polvo a base de hierro que consistían en 20% en peso de los polvos a base de hierro recocidos por difusión 1-11, 0.4, 0.6 y 0.8% en peso de grafito C- UF4 respectivamente, 0.8% en peso de Amide Wax PM, balanceado por ASC100.29, mezclando homogéneamente los componentes.

Las diferentes composiciones fueron compactadas a 600 MPa en muestras resistentes a la tracción de acuerdo con el Ejemplo 1.

25 Muestras de pruebas de tracción hechas a partir de las composiciones que tenían 0.6% de grafito añadido, fueron sinterizadas a tres diferentes temperaturas, 1090°C, 1120°C y 1150°C durante 30 minutos, respectivamente, en una atmósfera de 90% nitrógeno, 10% hidrógeno, siete muestras por cada corrida de sinterización. Las muestras hechas a partir de las composiciones que contenían 0.4% de grafito añadido y las muestras hechas a partir de composiciones que contenían 0.8% de grafito añadido fueron sinterizadas a 1120°C durante 30 minutos en una atmósfera de 90% nitrógeno, 10% hidrógeno, también siete muestras por corrida de sinterización. Se midió el cambio dimensional así como las propiedades mecánicas incluyendo la dureza de acuerdo con los procedimientos descritos en el Ejemplo 1.

35 La siguiente Tabla 4 describe las series de prueba.

Tabla 4

Serie de prueba	Grafito añadido a las composiciones 1-11 [% en peso]	Temperatura de sinterización [°C]
A	0.4	1120
B1	0.6	1120
B2	0.6	1150
B3	0.6	1190
C	0.8	1120

Series de prueba

40 La siguiente Tabla 5 muestra los resultados de las mediciones del cambio de dimensiones durante la sinterización, así como los resultados del análisis de contenido de C, y Cu y Ni de las muestras sinterizadas.

ES 2 601 603 T3

Tabla 5

Serie de prueba	Polvo recocido por difusión No.	Adición de grafito (%)	Temperatura de sinterización (%)	Cambio de dimensiones DC (%)	Desviación Estándar entre A, B1.B2, B3, C (%)	C analizado (%)	Cu analizado (%)	Ni analizado (%)
A	1	0.4	1120	0.37		0.37	2.12	0.02
B1	1	0.6	1090	0.33		0.56	2.04	0.02
B2	1	0.6	1120	0.31		0.56	2.02	0.02
B3	1	0.6	1150	0.24		0.55	2.03	0.02
C	1	0.8	1120	0.19	0.072	0.75	2.10	0.02
A	2	0.4	1120	0.31		0.38	1.95	0.12
B1	2	0.6	1090	0.27		0.55	1.89	0.11
B2	2	0.6	1120	0.26		0.55	1.88	0.11
B3	2	0.6	1150	0.21		0.55	1.90	0.11
C	2	0.8	1120	0.19	0.049	0.74	1.97	0.12
A	3	0.4	1120	0.32		0.36	1.95	0.12
B1	3	0.6	1090	0.28		0.54	1.88	0.12
B2	3	0.6	1120	0.27		0.56	1.83	0.12
B3	3	0.6	1150	0.22		0.56	1.88	0.12
C	3	0.8	1120	0.19	0.052	0.76	1.96	0.12
A	4	0.4	1120	0.32		0.35	1.92	0.14
B1	4	0.6	1090	0.29		0.54	1.88	0.14
B2	4	0.6	1120	0.27		0.54	1.86	0.14
B3	4	0.6	1150	0.23		0.54	1.87	0.14
C	4	0.8	1120	0.19	0.051	0.76	2.00	0.15
A	5	0.4	1120	0.20		0.36	1.66	0.27
B1	5	0.6	1090	0.17		0.54	1.59	0.25
B2	5	0.6	1120	0.16		0.55	1.58	0.25
B3	5	0.6	1150	0.14		0.55	1.61	0.25
C	5	0.8	1120	0.15	0.025	0.74	1.67	0.27
A	6	0.4	1120	0.22		0.38	1.75	0.29
B1	6	0.6	1090	0.19		0.55	1.71	0.28
B2	6	0.6	1120	0.19		0.54	1.72	0.28
B3	6	0.6	1150	0.17		0.55	1.72	0.28
C	6	0.8	1120	0.16	0.025	0.74	1.79	0.29
A	7	0.4	1120	0.27		0.35	1.82	0.30
B1	7	0.6	1090	0.20		0.55	1.71	0.27
B2	7	0.6	1120	0.21		0.54	1.67	0.27
B3	7	0.6	1150	0.18		0.55	1.71	0.28

ES 2 601 603 T3

(continuación)

Serie de prueba	Polvo recocido por difusión No.	Adición de grafito (%)	Temperatura de sinterización (%)	Cambio de dimensiones DC (%)	Desviación Estándar entre A, B1, B2, B3, C (%)	C analizado (%)	Cu analizado (%)	Ni analizado (%)
C	7	0.8	1120	0.19	0.034	0.73	1.89	0.31
A	8	0.4	1120	0.17		0.38	1.67	0.40
B1	8	0.6	1090	0.14		0.54	1.67	0.40
B2	8	0.6	1120	0.16		0.54	1.66	0.39
B3	8	0.6	1150	0.13		0.54	1.67	0.39
C	8	0.8	1120	0.14	0.019	0.76	1.69	0.41
A	9	0.4	1120	0.17		0.38	1.66	0.41
B1	9	0.6	1090	0.13		0.55	1.57	0.40
B2	9	0.6	1120	0.15		0.55	1.58	0.39
B3	9	0.6	1150	0.12		0.55	1.59	0.40
C	9	0.8	1120	0.13	0.020	0.74	1.65	0.41
A	10	0.4	1120	0.19		0.38	1.64	0.44
B1	10	0.6	1090	0.13		0.54	1.55	0.42
B2	10	0.6	1120	0.15		0.57	1.55	0.42
B3	10	0.6	1150	0.12		0.53	1.56	0.42
C	10	0.8	1120	0.14	0.023	0.71	1.72	0.46
A	11	0.4	1120	-0.01		0.37	1.05	1.01
B1	11	0.6	1090	-0.01		0.56	1.04	1.00
B2	11	0.6	1120	-0.03		0.55	1.02	0.99
B3	11	0.6	1150	-0.06		0.55	1.01	1.98
C	11	0.8	1120	-0.02	0.020	0.74	1.04	1.01

5 La siguiente Tabla 6 muestra el resultado de la prueba mecánica de las muestras hechas a partir de las composiciones presionadas y sinterizadas que consistían en 20% en peso de diferentes polvos recocidos por difusión a base de hierro, 0.8% en peso de Amide Wax PM, 0.6% de grafito, balanceado por ASC100.29.

La sinterización se llevó a cabo a 1120°C durante 30 minutos en una atmósfera de 90% nitrógeno/10% hidrógeno.

10

Tabla 6

Polvo recocido por difusión a base de hierro No.	Relación Cu/Ni	D ₅₀ µm del polvo recocido por difusión a base de hierro	Resistencia a la tracción [MPa]	Dureza HV10
1 (referencia)	∞	8.8 (medio)	504	150
2	19	7.1 (fino)	500	148
3	19	9.9 (medio)	507	154
4	19	15.5 (grueso)	506	144
5	9	4.7 (fino)	479	141
6	9	10.1 (medio)	498	146
7	9	21.1 (grueso)	492	133
8	4	4.2 (fino)	481	139
9	4	8.5 (medio)	488	141
10	4	15.1 (grueso)	489	134
11	1	6.4 (fino)	445	127

Las figuras 1 y 2, que presentan los resultados de la prueba terminada, muestran que cuando la relación de Cu/Ni en el polvo recocido por difusión a base de hierro es inferior a 3/1 (más del 30% de Ni) la dureza y la resistencia a la atracción se verán afectadas de forma inaceptable.

5

Además, la figura 3 muestra que cuando la relación Cu/Ni excede de 9/1 (menos del 10% Ni), la dispersión del cambio de dimensiones durante la sinterización, en función de las variaciones en el contenido de carbono y de la temperatura de sinterización, será inaceptablemente alta.

10 APLICABILIDAD INDUSTRIAL

La presente invención es aplicable en procedimientos metalúrgicos de polvo, en donde los componentes producidos a partir del nuevo polvo presentan una mínima variación del cambio de dimensiones de componente a componente.

15

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir un polvo aleado por difusión, adecuado para su uso en compactación y sinterización, que comprende un contenido total de cobre y níquel de como mucho 20% en peso, en el cual el contenido de cobre es superior al 4.0% en peso y la relación entre el cobre y el níquel es de entre 9/1 y 3/1, consistiendo dicho polvo en un polvo de núcleo de hierro o a base de hierro que tiene partículas de un polvo de aleación que contiene cobre y níquel aglutinadas a la superficie de las partículas del polvo de núcleo, que comprende:
- 10
- proporcionar un polvo unitario de aleación, cuyas partículas por separado comprenden tanto cobre como níquel, teniendo dicho polvo unitario de aleación una distribución de tamaño de partícula tal que D50 es inferior a 15 µm,
 - 15 - mezclar el polvo unitario de aleación con el polvo de núcleo, y
 - calentar los polvos mezclados en una atmósfera no oxidante o reductora a una temperatura de entre 500-1000 °C durante un periodo de entre 10-120 minutos para convertir el polvo de aleación en una aleación que contiene cobre y níquel, aglutinando por difusión las partículas del polvo de aleación de cobre y níquel a la superficie del polvo de núcleo de hierro o a base de hierro
- 20
2. Método de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el polvo unitario de aleación es una aleación que consiste en cobre y níquel.
- 25
3. Método de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el polvo unitario de aleación es una aleación de metal, un óxido o un carbonato.
- 30
4. Método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el aglutinamiento por difusión de las partículas del polvo de aleación de cobre y níquel en la superficie del polvo de núcleo de hierro o a base de hierro, da como resultado una torta débilmente sinterizada, que después es triturada suavemente y tamizada para proporcionar un tamaño de partícula menor a 150 µm.
- 35
5. Método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el polvo aleado por difusión comprende un contenido de cobre en rango de 5 a 15% en peso y un contenido de níquel en rango de 0.5-5%.
- 40
6. Método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el polvo aleado por difusión comprende un contenido total de cobre y níquel de entre 4% y 16% en peso.
- 45
7. Polvo aleado por difusión, adecuado para su uso en compactación y sinterización y hecho según el método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende un contenido total de cobre y níquel de como mucho 20% en peso, en donde el contenido de cobre es de más del 4.0% en peso y la relación entre el cobre y el níquel es de entre 9/1 y 3/1, consistiendo dicho polvo en un polvo de núcleo de hierro o a base de hierro que tiene partículas de un polvo unitario de aleación, cuyas partículas separadas contienen tanto Cu como Ni, aglutinadas a la superficie de las partículas de núcleo, teniendo dicho polvo unitario de aleación una distribución de tamaño de partículas tal que D50 es inferior a 15 µm.
- 50
8. Polvo aleado por difusión de conformidad con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el polvo aleado por difusión tiene un tamaño de partícula inferior a 150 µm.
- 55
9. Polvo aleado por difusión de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 8, **caracterizado porque** el contenido de cobre es de entre 5 y 15% en peso y el contenido de níquel es de entre 0.5 y 5%.
- 60
10. Composición de polvo de hierro o a base de hierro aleado por difusión adecuada para su uso en compactación y sinterización, que comprende el polvo aleado por difusión de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, y la adición de grafito y opcionalmente por lo menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en lubricantes orgánicos, materiales de fase dura y lubricantes sólidos.
- 65

ES 2 601 603 T3

11. Composición de polvo de hierro o a base de hierro aleado por difusión de conformidad con la reivindicación 10 que consiste en:

- 5
- un polvo de hierro o a base de hierro
 - un polvo aleado por difusión como el que se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9
 - hasta 1% en peso de grafito
 - opcionalmente al menos un aditivo seleccionado del grupo constituido por lubricantes orgánicos, materiales de fase dura y lubricantes sólidos.

10

12. Composición de conformidad con la reivindicación 11, **caracterizada porque** el polvo de hierro o a base de hierro consiste en hierro puro.

15

13. Composición de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 11 o 12, **caracterizada porque** el contenido total de cobre y níquel no excede del 5% en peso de la composición.

20

Fig. 1

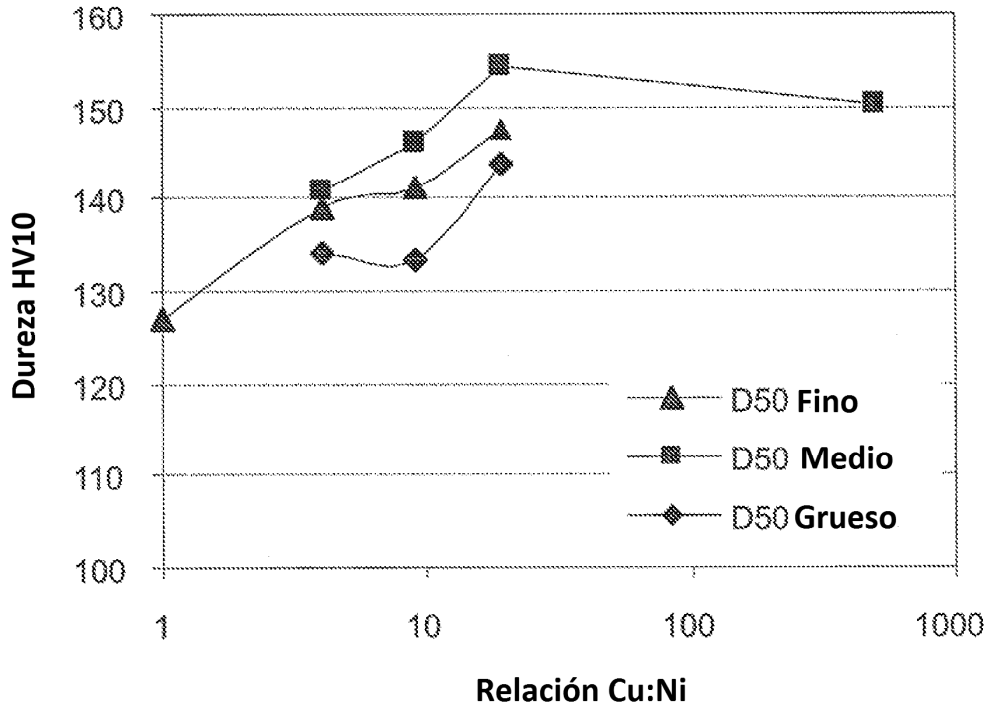


Fig. 2

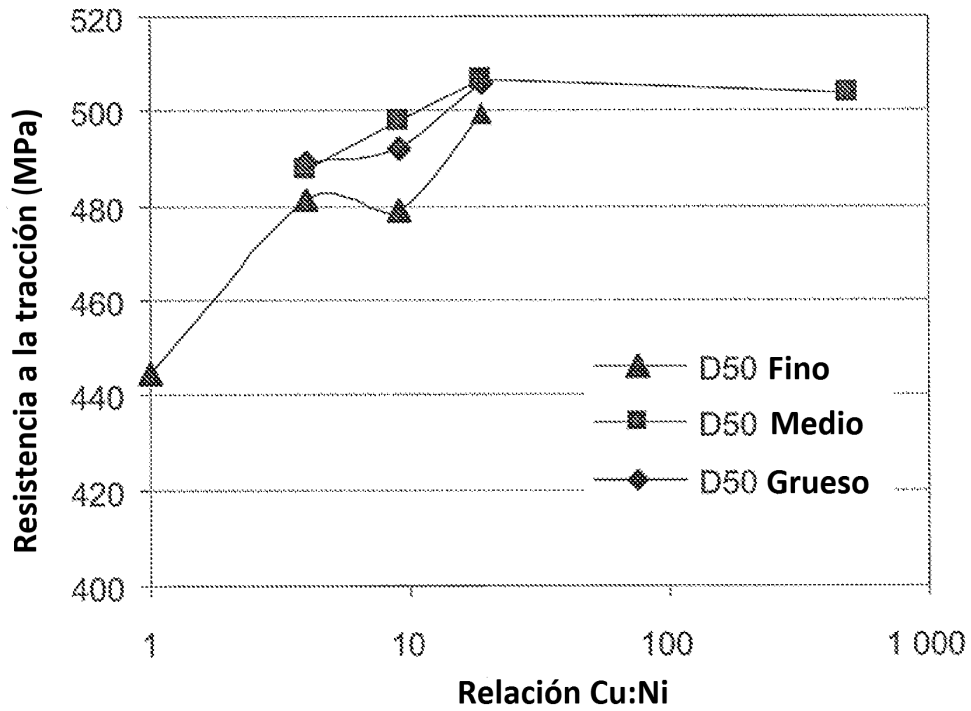


Fig. 3

