

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 655 322**

51 Int. Cl.:

**H01F 1/26** (2006.01)

**H01F 41/02** (2006.01)

**B22F 1/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.12.2004 PCT/SE2004/001865**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.07.2005 WO05064621**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.12.2004 E 04809049 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.10.2017 EP 1700319**

54 Título: **Composición de polvo, método de fabricación de componentes magnéticos blandos y componente compuesto magnético blando**

30 Prioridad:

**29.12.2003 SE 0303580**

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

**19.02.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KJELLEN, LISA;  
AHLIN, ÅSA;  
HULTMAN, LARS y  
ANDERSSON, OLA**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 655 322 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 de polvo, método de fabricación de componentes magnéticos blandos y componente compuesto magnético blando.

5

## CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a composiciones de polvo basadas en hierro. Más específicamente, la invención se refiere a composiciones de polvo para producción de componentes compuestos magnéticos blandos por la ruta de producción pulvimetalúrgica. Las composiciones facilitan la fabricación del componente compuesto magnético blando que tiene alta densidad, así como propiedades magnéticas y mecánicas valiosas.

10

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los materiales magnéticos blandos se utilizan para aplicaciones, tales como materiales de núcleo en inductores, estatores y rotores para máquinas eléctricas, accionadores, sensores y núcleos de transformador. Tradicionalmente, los núcleos magnéticos blandos, tales como rotores y estatores en máquinas eléctricas, están hechos de laminados de acero superpuestos. Los materiales Compuestos Magnéticos Blandos, SMC, están basados en partículas magnéticas blandas, basadas usualmente en hierro, con un revestimiento eléctricamente aislante en cada partícula. Por compactación de las partículas aisladas opcionalmente junto con lubricantes y/o aglomerantes utilizando el proceso tradicional de pulvimetalurgia, se obtienen las piezas SMC. Utilizando esta técnica pulvimetalúrgica es posible producir materiales que proporcionan un mayor grado de libertad en el diseño del componente SMC que por la utilización de los laminados de acero, dado que el material SMC puede transportar un flujo magnético tridimensional y dado que por el proceso de compactación pueden obtenerse formas tridimensionales.

15

20

25

Dos características fundamentales de un componente de núcleo de hierro son su permeabilidad magnética y las características de pérdidas de núcleo. La permeabilidad magnética del material es una indicación de su susceptibilidad de magnetización o su susceptibilidad de transportar un flujo magnético. La permeabilidad se define como la ratio del flujo magnético inducido a la fuerza magnetizadora o intensidad de campo. Cuando un material magnético se expone a un campo magnético alterno, tienen lugar pérdidas de energía, las pérdidas de núcleo, debido a la vez a pérdidas por histéresis y pérdidas por corrientes parásitas. La pérdida por histéresis está causada por el gasto necesario de energía para vencer las fuerzas magnéticas retenidas en el componente del núcleo de hierro, y es proporcional de frecuencia del campo alterno. La pérdida por corrientes parásitas está causada por la producción de corrientes eléctricas en el componente de núcleo de hierro debido al flujo cambiante causado por las condiciones de la corriente alterna (AC), y es proporcional al cuadrado de la frecuencia del campo alterno. Una resistividad eléctrica alta es necesaria por tanto para minimizar las corrientes parásitas, siendo de especial importancia a frecuencias mayores. A fin de reducir las pérdidas por histéresis y aumentar la permeabilidad magnética de un componente de núcleo para aplicaciones AC, se desea generalmente someter a tratamiento térmico la pieza compactada.

30

35

40

La investigación en la fabricación pulvimetalúrgica de componentes de núcleo magnético utilizando polvos basados en hierro revestidos se ha orientado al desarrollo de composiciones de hierro en polvo que mejoran ciertas propiedades físicas y magnéticas sin afectar desfavorablemente a otras propiedades del componente final. Propiedades deseadas de los componentes incluyen v.g. una permeabilidad alta a lo largo de un intervalo de frecuencias extendido, pérdidas de núcleo bajas, inducción de saturación alta (densidad alta), y alta solidez. Normalmente, una densidad incrementada del componente mejora todas estas propiedades.

45

Las propiedades deseadas del polvo incluyen idoneidad para técnicas de moldeo por compresión, lo cual significa entre otras cosas que el polvo pueda moldearse fácilmente en un componente de densidad alta y alta solidez, que pueda ser eyectado fácilmente del equipo de moldeo, y que los componentes tengan un acabado superficial liso.

50

GB 682 897 da a conocer un proceso de preparación de polvo magnético para núcleos magnéticos que tienen alta resistividad y pérdidas de potencia bajas cuando se opera a frecuencias muy altas, que comprende moler por impacto de una mezcla de polvo de hierro-carbonilo, sujeto a formación excesiva de aglomerados, cuyo intervalo de tamaños de partícula no excede sustancialmente de un diámetro de 5  $\mu\text{m}$ , con un material que penetra en los aglomerados formando un depósito sólido, no conductor, que separa las partículas con partículas inertes, siendo la cantidad del material penetrante de los aglomerados tal que produce el depósito en una cantidad de 0,2 a 5% del peso del polvo de hierro, y continuar la molienda por impacto de la mezcla hasta que el polvo resultante tiene una densidad aparente en seco de al menos 2,3 g/cm<sup>3</sup>, y el depósito se distribuye uniformemente en toda la mezcla.

55

60

La presente invención concierne a una nueva composición de polvo que tiene las propiedades del polvo deseadas, así como al uso de la composición de polvo para la preparación de componentes compuestos magnéticos blandos. La nueva composición puede compactarse (y someterse a tratamiento térmico) para dar componentes que tienen las propiedades deseadas.

65

La presente invención se refiere también a un método para fabricación de componentes magnéticos blandos basados en hierro que tienen propiedades de componente excelentes.

## SUMARIO DE LA INVENCION

5 Resumidamente, la composición de polvo conforme a la invención está constituida por partículas aisladas eléctricamente de un material magnético blando y un lubricante que es una amida de ácido graso. Opcionalmente está presente en la composición un aglomerante termoplástico. El método conforme a la presente invención incluye mezcladura, compactación y opcionalmente tratamiento térmico del componente obtenido, dando como resultado un componente magnético blando basado en hierro que tiene propiedades excelentes.

## 10 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

15 El polvo es un polvo de hierro sustancialmente puro, atomizado en agua o un polvo de hierro esponjoso que tiene partículas de forma irregular. En este contexto, el término "sustancialmente puro" significa que el polvo debe estar sustancialmente exento de inclusiones, y que las cantidades de las impurezas O, C y N deben mantenerse en un mínimo. Los tamaños medios de partícula son generalmente inferiores a 300  $\mu\text{m}$  y superiores a 10  $\mu\text{m}$ . Ejemplos de tales polvos son ABC 100.30, ASC 100.29, AT 40.29, ASC 200, ASC 300, NC 100.24, SC 100.26, MH 300, MH 40.28, MH 40.24 disponibles de Hoganas AB, Suecia.

20 Conforme a una realización de la invención, los polvos utilizados tienen partículas más gruesas que lo que es normal en el prensado común en matriz. En la práctica, esto significa que los polvos están desprovistos esencialmente de partículas finas. Debe entenderse que el término "desprovisto esencialmente de partículas finas" significa que menos de aproximadamente 10%, con preferencia menos de 5% de las partículas del polvo tienen un tamaño inferior a 45  $\mu\text{m}$  tal como se mide por el método descrito en SS-EN 24 497. El diámetro medio de partícula está comprendido típicamente entre 106 y 425  $\mu\text{m}$ . La cantidad de partículas superiores a 212  $\mu\text{m}$  es típicamente superior a 20%. El tamaño máximo de partícula puede ser aproximadamente 2 mm.

30 El tamaño de las partículas basadas en hierro utilizadas normalmente en la industria PM se distribuye conforme a una curva de distribución de Gauss con un diámetro medio de partícula comprendido en la región de 30 a 100  $\mu\text{m}$  y aproximadamente 10-30% de las partículas son menores que 45  $\mu\text{m}$ . Así, los polvos utilizados conforme a la presente invención pueden tener una distribución de tamaños de partícula que se desvía de la utilizada normalmente. Estos polvos de grano grueso pueden obtenerse por eliminación de las fracciones más finas del polvo o por fabricación de un polvo que tenga la distribución de tamaños de partícula deseada. Sin embargo, la invención no se limita a los polvos de grano grueso, sino que también están incluidos en la presente invención polvos que tienen los tamaños de partícula utilizados normalmente para el prensado en matriz en la industria PM.

35 El aislamiento eléctrico de las partículas de polvo puede estar constituido por un material inorgánico. Es especialmente adecuado el tipo de aislamiento descrito en el documento US 634 8265, que se refiere a partículas de un polvo base constituido esencialmente por hierro puro que tiene una barrera aislante que contiene oxígeno y fósforo. En lo que respecta al revestimiento, debe mencionarse especialmente que las propiedades del componente compuesto pueden verse influenciadas por el espesor del revestimiento. Polvos que tienen partículas aisladas están disponibles como Somaloy™ 500 y 550, de Hoganas AB, Suecia.

40 El lubricante utilizado conforme a la invención se selecciona del grupo constituido por amidas de ácidos grasos. Amidas particularmente adecuadas son amidas primarias de ácidos grasos saturados o insaturados que tienen 12-24, preferiblemente 14-22 átomos C, y muy preferiblemente 18-22 átomos C. Los lubricantes se utilizan en cantidades de 0,05-2%, y preferiblemente menores que 1,5% en peso de la composición. Cantidades especialmente preferidas del lubricante son 0,05-1%, preferiblemente 0,05-0,8, más preferiblemente 0,1-0,8%, y muy preferiblemente 0,1-0,5% en peso. Lubricantes especialmente preferidos son amida de ácido esteárico, amida de ácido oleico, amida de ácido behénico, amida de ácido erúxico, amida de ácido palmítico, siendo la más preferida la amida de ácido esteárico. En la patente US 6.537.389 se menciona la amida de ácido esteárico, al parecer en combinación con éster metílico de aceite de colza como lubricante en conexión con una resina termoplástica, poliftalamida como aglomerante para la compactación de polvos magnéticos blandos.

55 Los lubricantes sólidos tienen por lo general una densidad de aproximadamente 1-2  $\text{g/cm}^3$ , que es muy baja en comparación con la densidad del polvo basado en hierro, que es aproximadamente 7,8  $\text{g/cm}^3$ . Como consecuencia, las inclusiones de estos lubricantes menos densos en las composiciones reducirán la densidad teórica del componente compactado. Por esta razón, es esencial mantener la cantidad de lubricante en niveles bajos a fin de producir componentes de alta densidad. Sin embargo, las cantidades bajas de lubricantes tienden a causar problemas de eyección. Inesperadamente, se ha encontrado ahora que el tipo de lubricantes arriba mencionados puede utilizarse en bajas cantidades sin problemas de eyección.

60 Por reemplazamiento de los lubricantes internos, es decir lubricantes añadidos a la mezcla de polvos basada en hierro, con lubricación de la pared de la matriz, DWL, en combinación con presiones de compactación altas, pueden alcanzarse densidades en crudo altas. Un inconveniente de este método conocido cuando se compacta polvo aislado basado en hierro a presiones de compactación altas es, sin embargo, que el aislamiento del polvo basado en hierro se deteriora fácilmente, conduciendo a pérdidas de núcleo altas a frecuencias mayores. Adicionalmente, el uso de DWL añadirá

complejidad adicional al proceso, pudiendo prolongar los ciclos de tiempo y reducir la solidez de la producción en un ambiente industrial.

5 Conforme a la presente invención, la amida de ácido graso puede utilizarse como el único aditivo para el polvo aislado de hierro o basado en hierro, aunque para ciertas aplicaciones es ventajoso añadir cantidades menores de una resina termoplástica, específicamente poli(sulfuro de fenileno) (PPS). El término "cantidades menores" debe interpretarse en este contexto como menor que 2, preferiblemente menor que 0,8, más preferiblemente menor que 0,6 y muy preferiblemente menor que 0,5% en peso de la composición. En cantidades menores que 0,05 no se ha observado efecto alguno del PPS. Específicamente, la cantidad de PPS podría variar entre 0,1 y 0,5, y preferiblemente entre 0,2 y 10 0,5 ó 0,4% en peso. La adición de PPS es particularmente interesante cuando se requiere buena estabilidad de frecuencia.

15 La combinación de PPS y ácido esteárico es conocida por la solicitud de patente WO01/22448. Los ejemplos de esta solicitud describen que puede producirse un material magnético blando por mezcladura de un polvo basado en hierro aislado eléctricamente con PPS y ácido esteárico. La mezcla se compacta a temperatura elevada y la pieza compactada obtenida se trata térmicamente a 260°C en una atmósfera de nitrógeno seguido por un segundo tratamiento térmico a 285 hasta 300°C. Inesperadamente, se ha encontrado ahora que, por utilización de la nueva composición de polvo, que incluye una amida de ácido graso en lugar del ácido graso correspondiente pueden obtenerse varias ventajas. Así, se ha encontrado que el nuevo polvo tiene propiedades lubricantes inesperadamente mejoradas, lo que da como resultado 20 que se precisa menos energía de eyección para eyectar la pieza compactada de la matriz, y que pueden obtenerse mayores densidades y mejor resistencia a la rotura transversal. Adicionalmente, el paso de compactación puede realizarse a la temperatura ambiente. Asimismo, puede facilitarse el tratamiento térmico, dado que puede omitirse el primer paso de tratamiento térmico, que es necesario conforme a la publicación WO.

25 Polvos magnéticos basados en hierro, que tienen partículas aisladas y que están combinados con resinas termoplásticas, se describen en la solicitud de patente US 2002/0084440. En contraste con las partículas conforme a la presente invención, estas partículas descritas previamente incluyen también un elemento de las tierras raras. Además, la resina termoplástica se utiliza en cantidades relativamente grandes, a saber, al menos 5% en peso. Adicionalmente, el tamaño de partícula del polvo basado en hierro es muy pequeño (se menciona 3 µm como ejemplo). Puede incluirse 30 también un lubricante seleccionado de una gran diversidad de compuestos químicos. Estas composiciones de polvo se describen como útiles preferiblemente para moldeo por inyección, extrusión, moldeo por inyección-compresión y prensado-inyección para la preparación de imanes permanentes aglomerados altamente resistentes a la intemperie.

35 Para preparar componentes compuestos conforme a la presente invención, la composición de polvo se prensa primeramente de modo uniaxial en una matriz, que normalmente no debe estar lubricada, aunque la composición de polvo puede utilizarse también en matrices lubricadas. El componente compactado es eyectado luego de la matriz y se somete opcionalmente a un tratamiento térmico.

40 La compactación puede realizarse a la temperatura ambiente o a temperaturas elevadas y a presiones hasta 1500 MPa.

Conforme a una realización preferida de la invención, la compactación se realiza en una herramienta moderadamente caliente, dado que de esta manera no sólo se mejorarán la densidad en crudo y el comportamiento de eyección sino también la permeabilidad relativa máxima. Cuando se comparan las propiedades de componentes compactados a temperatura elevada y a una presión de compactación menor con las propiedades de componentes compactados hasta 45 la misma densidad en crudo a la temperatura ambiente y a una presión de compactación mayor, el componente compactado a una temperatura elevada tendrá una permeabilidad mayor. Para componentes de mayor tamaño, puede ser necesario elevar también la temperatura del polvo a fin de conseguir las mejoras conforme a la invención.

50 El tratamiento térmico puede realizarse en uno o varios pasos. Un tratamiento térmico recomendado de un solo paso se realiza durante un periodo de 30 min a 4 horas en una atmósfera que contiene oxígeno (aire) a una temperatura entre 250 y 550°C.

55 Otra alternativa consiste en realizar el tratamiento térmico a 250-350°C durante un periodo de 30 min a 3 horas en aire o en un gas inerte seguido por un tratamiento térmico durante 15 min a 2 horas en una atmósfera que contiene oxígeno (aire) a una temperatura entre 350 y 550°C.

60 Un tratamiento térmico algo diferente se recomienda cuando se incluye PPS en la composición. Así, en este caso el tratamiento térmico puede realizarse a 250-350°C durante 30 min a 4 horas en una atmósfera que contiene oxígeno (aire). Otra alternativa consiste en realizar el tratamiento térmico a 250-350°C durante 30 minutos a 3 horas en aire o gas inerte seguido por 300-500°C durante 15 minutos a 2 horas en una atmósfera que contiene oxígeno (aire).

65 La posibilidad de realizar el tratamiento térmico utilizando diferentes atmósferas, periodos de tiempo y temperaturas a fin de obtener un componente final que tenga las propiedades deseadas hace especialmente atractiva la nueva composición de polvo.

5 Por compactación de una composición que comprende un polvo aislado basado en hierro que tiene partículas de grano grueso y un lubricante como se ha descrito arriba a presiones elevadas, tales como por encima de 800 MPa, seguido por tratamiento térmico del componente compactado, componentes compuestos magnéticos blandos que tienen una densidad  $\geq 7,5 \text{ g/cm}^3$ , una permeabilidad relativa máxima,  $\mu_{\text{max}} \geq 600$ , una fuerza coercitiva,  $H_c \leq 250 \text{ A/m}$  y una resistividad específica,  $\rho \geq 20 \text{ } \mu\Omega\text{m}$ . Tales componentes pueden ser interesantes para las aplicaciones exigentes requeridas por ejemplo en componentes de estatores y rotores en máquinas eléctricas.

La invención se ilustra adicionalmente por los ejemplos siguientes.

10 EJEMPLO 1

Se utilizaron los materiales siguientes.

Como material de partida se utilizó un polvo basado en hierro, atomizado en agua con partículas que tenían un revestimiento inorgánico delgado (Somaloy™ 500, disponible de Höganäs AB, Suecia).

15 Polvo de PPS.

Polvo de ácido esteárico, lubricante A.

Polvo de amida de ácido esteárico, lubricante B.

20 Se mezclaron 3 kg del polvo base Somaloy™ 500 con PPS y amida de ácido esteárico o ácido esteárico, con arreglo a la Tabla 1.

Tabla 1. Mezclas de polvo: Lubricantes y PPS (porcentaje en peso)

Muestra número	PPS	Lubricante
A 1	0,60%	0,2% A
A 2	0,50%	0,3% A
A 3	0,50%	0,3% B
A 4	0,30%	0,3% B
A 5	0,30%	0,4% B
A 6	0,30%	0,5% B
A 7	0,1%	0,3% B
A 8	0,2%	0,3% B
A9	-	0,4% B

25 Las mezclas de polvo se compactaron en muestras anulares con 45 mm de diámetro interior, 55 mm de diámetro exterior y 5 mm de altura a 800 MPa a la temperatura ambiente (de la sala). Se compactaron también muestras anulares con una altura de 10 mm y se midió la fuerza de eyección sobre estas muestras. La energía de eyección se muestra en la Tabla 2. Los resultados muestran que se obtiene una energía de eyección considerablemente menor por la utilización de la amida de ácido graso.

30

Tabla 2. Energía de eyección medida sobre muestras anulares con  $h = 10 \text{ mm}$

Muestra número	PPS	Lubricante	Energía de eyección ( $\text{J/cm}^2$ )
A 1	0,60%	0,2%A	52
A 2	0,50%	0,3% A	46
A 3	0,50%	0,3% B	38
A 4	0,30%	0,3% B	37
A 5	0,30%	0,4% B	33
A 6	0,30%	0,5% B	30
A 7	0,10%	0,3% B	41
A 8	0,20%	0,3% B	39
A9	-	0,4% B	35

Después de la compactación, las piezas se trataron térmicamente a 290°C durante 120 minutos en aire. Los anillos obtenidos tratados térmicamente se enrollaron con 25 vueltas. Se midió la permeabilidad de inductancia relativa AC con un medidor LCR (HP4284A) con arreglo al estándar IEC 60404-6, 2ª edición, 2003-06.

5 La disminución en la permeabilidad inicial (estabilidad de frecuencia) se muestra en las Tablas 3 y 4. La disminución en la permeabilidad inicial se expresa como la diferencia entre la permeabilidad inicial a 10 y 100 kHz dividida por la permeabilidad inicial a 10 kHz. La Tabla 3 muestra que por aumento de la cantidad de la amida de ácido graso desde 0,3 a 0,5% puede obtenerse una estabilidad de frecuencia mejor. La Tabla 4 muestra que por utilización de la amida de ácido graso en lugar del ácido graso correspondiente se obtiene una estabilidad de frecuencia mejor. Adicionalmente, la  
10 Tabla 4 da a conocer que sin PPS se obtiene una mayor disminución en la estabilidad de frecuencia. Sin embargo, se encontró que la permeabilidad inicial a 1 kHz para A9 era 95 comparada con 75 para A3. Una permeabilidad inicial alta para frecuencias menores es ventajosa para algunas aplicaciones.

Tabla 3, disminución en la permeabilidad inicial

	D $\mu$ 10-100 kHz (%)
A 4	7,4
A 5	5,2
A 6	4,2

15

Tabla 4, disminución en la permeabilidad inicial

	D $\mu$ 10-100 kHz (%)
A 2	6,4
A 3	3,9
A9	20,9

20

La resistividad eléctrica específica se midió por un método de medida de 4 puntos y se muestra en la Tabla 5. De esta Tabla puede deducirse que por utilización de la amida de ácido graso en lugar del ácido correspondiente puede obtenerse una resistividad eléctrica considerablemente mayor.

Tabla 5. Resistividad para muestras anulares

Muestra número	PPS	Lubricante	Resistividad eléctrica específica, resistividad $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$
A 2	0,50%	0,3% A	316
A 3	0,50%	0,3% B	400

25

Se ensayaron también muestras con respecto a la Resistencia a la Rotura Transversal, TRS, después de tratamiento térmico a 290°C durante 120 minutos en aire. La TRS se ensayó de acuerdo con ISO 3995. Se ensayó también la TRS sobre las piezas a una temperatura de 200°C. La TRS se muestra en la Tabla 6. La muestra con 0,5% de PPS y 0,3% de amida de ácido esteárico (A3) presenta una TRS significativamente mayor tanto a la temperatura ambiente (RT) como a 200°C comparada tanto con la muestra que contenía 0,5% de PPS y 0,3% de ácido esteárico (A2) y la muestra con 0,2% de PPS + 0,6% de ácido esteárico (A1). La densidad es mayor para una mezcla con contenido orgánico total  
30 bajo, que dará como resultado inducción y permeabilidad ( $\mu_{\text{max}}$ ) mayores.

Tabla 6. Densidad y TRS a la temperatura ambiente y 200°C

Muestra número	PPS	Lubricante	Densidad después de tratamiento térmico, $\text{g}/\text{cm}^3$	TRS a RT, MPa	TRS a 200°C, MPa
A 1	0,60%	0,2%A	7,18	68	51
A 2	0,50%	0,3% A	7,18	46	30
A 3	0,50%	0,3% B	7,19	81	67
A 4	0,30%	0,3% B	7,27	88	73
A 5	0,30%	0,4% B	7,22	87	73
A 6	0,30%	0,5% B	7,17	51	68
A 7	0,10%	0,3% B	7,35	85	74
A 8	0,20%	0,3% B	7,31	84	71

## ES 2 655 322 T3

Muestra número	PPS	Lubricante	Densidad después de tratamiento térmico, g/cm <sup>3</sup>	TRS a RT, MPa	TRS a 200°C, MPa
A 9	-	0,4% B	7,33	87	78

### EJEMPLO 2

Se utilizaron los materiales siguientes.

5

Como material de partida se utilizó un polvo basado en hierro y atomizado en agua con partículas que tenían un revestimiento inorgánico delgado que contenía fósforo (Somaloy™ 500, disponible de Höganäs AB, Suecia).

Polvo de PPS.

10

Polvo de ácido esteárico, lubricante A.

Polvo de amida de ácido esteárico, lubricante B.

Polvo de amida de ácido behénico, lubricante C.

Polvo de amida de ácido oleico, lubricante D.

Kenolube™.

15

Se mezcló el polvo base Somaloy™ 500 con PPS y los lubricantes con arreglo a la Tabla 7.

Tabla 7. Mezclas de polvo: Lubricantes y PPS, porcentaje en peso

Muestra número	PPS	Lubricante
B 1	0,50%	0,3% A
B 2	0,50%	0,3% B
B 3	0,50%	0,3% C
B 4	0,50%	0,3% D
B 5	0,30%	0,3% B
B 6	-	0,4% B
B 7	-	0,3% B
B 8	0,1%	0,3% B
B 9	0,2%	0,3% B
B 10	-	0,4% Kenolube™

20

Las mezclas de polvo se compactaron en barras de ensayo conforme a ISO 3995 a una presión de compactación de 800 MPa a la temperatura ambiente. Después de la compactación, las piezas se trataron térmicamente en un tratamiento térmico de 2 pasos. El primer paso se realizó a 290°C durante 105 minutos en atmósfera inerte de nitrógeno. Este paso fue seguido por un paso de tratamiento térmico subsiguiente a 350°C durante 60 minutos en aire. Las muestras se ensayaron con respecto a Resistencia a la Rotura Transversal, TRS, según ISO 3995.

25

Los resultados del ensayo de resistencia a la rotura transversal se muestran en la Tabla 8. Como puede verse por la Tabla 8, las muestras preparadas con mezclas que incluían la amida de ácido graso daban valores TRS suficientes. Se alcanza una densidad mayor después del tratamiento térmico, lo cual es beneficioso en términos de inducción y permeabilidad. Si el contenido de PPS se reduce a 0,3% o menos, la TRS se incrementa hasta valores superiores a 80 MPa. Las muestras sin PPS y con el lubricante de amida de ácido esteárico tienen incluso valores TRS superiores a 100 MPa. El uso de Kenolube™, que es un lubricante utilizado convencionalmente, no da como resultado la resistencia a la rotura transversal requerida.

30

Tabla 8. Densidad y TRS a la temperatura ambiente

Muestras número	PPS	Lubricante	Densidad después de HT, g/cm <sup>3</sup>	TRS-RT, MPa
B 1	0,50%	0,3% A	7,18	73
B 2	0,50%	0,3% B	7,22	68
B 3	0,50%	0,3% C	7,23	73
B 4	0,50%	0,3% D	7,24	74

## ES 2 655 322 T3

Muestras número	PPS	Lubricante	Densidad después de HT, g/cm <sup>3</sup>	TRS-RT, MPa
B 5	0,30%	0,3% B	7,32	83
B 6	-	0,4% B	7,37	108
B 7	-	0,3% B	7,41	113
B 8	0,1%	0,3% B	7,35	88
B 9	0,2%	0,3% B	7,32	79
B 10	-	0,4% Kenolube™	7,42	32

### EJEMPLO 3

5 Este ejemplo muestra que, en comparación con los lubricantes estearato de zinc y etileno-bis-estearamida utilizados comúnmente, se obtienen fuerzas de eyección bajas durante la eyección de los componentes compactados y acabado superficial perfecto del componente eyectado, cuando se utilizan los lubricantes de amida de ácido graso conforme a la invención en cantidad baja en combinación con polvos de grano grueso y presiones de compactación altas.

10 Se mezclaron 2 kg de un polvo magnético blando de grano grueso basado en hierro, en el cual las partículas están rodeadas por un aislamiento inorgánico conforme a US 6.348.265, con 0,2% en peso de lubricantes según la Tabla 9. La distribución de tamaños de partícula del polvo de grano grueso basado en hierro se muestra en la Tabla 10. Las mezclas E y F son ejemplos comparativos que contienen lubricantes conocidos.

Tabla 9

Mezcla	Lubricante
A	Behenamida
B	Erucamida
C	Estearamida
D	Oleilamida
E	Estearato de zinc
F	Etileno-bis-estearamida

15

Tabla 10

Tamaño de partícula (µm)	Peso %
>425	0,1
425-212	64,2
212-150	34,0
150-106	1,1
106-75	0,3
45-75	0,2
<45	0

20

Las mezclas obtenidas se transfirieron a una matriz y se compactaron en muestras de ensayo cilíndricas (50 g) con un diámetro de 25 mm, en un movimiento de prensado uniaxial a una presión de compactación de 1100 MPa. El material de la matriz utilizada era acero de herramientas convencional. Se registró la fuerza de eyección durante la eyección de las muestras compactadas. Se calculó la energía de eyección total/área envolvente necesaria para eyectar las muestras. La Tabla 11 siguiente muestra la energía de eyección, la densidad en crudo y el acabado superficial.

Tabla 11

Mezcla	Energía de eyección (J/cm <sup>2</sup> )	Densidad en crudo (g/cm <sup>3</sup> )	Acabado de la superficie
A	90	7,64	Perfecto
B	83	7,65	Perfecto



## ES 2 655 322 T3

Mezcla	Energía de eyección (J/cm <sup>2</sup> )	Densidad en crudo (g/cm <sup>3</sup> )	Acabado de la superficie
C	93	7,63	Perfecto
D	70	7,67	Aceptable
E	117	7,66	Inaceptable
F	113	7,64	Perfecto

### EJEMPLO 4

5 El ejemplo siguiente ilustra el efecto de la distribución de tamaños de partícula del polvo magnético blando basado en hierro sobre el comportamiento de eyección y la densidad en crudo. Se utilizó un polvo "grueso" conforme al ejemplo 3. La distribución de tamaños de partícula del polvo "fino" se da en la Tabla 12. las mezclas se prepararon utilizando 0,2% de estearamida en peso conforme al procedimiento del ejemplo 3. La mezcla basada en el polvo "fino" está marcada como muestra H y se comparó con la muestra C.

Tabla 12

Tamaño de partícula (µm)	Peso %
>425	0
425-212	0
212-150	11,2
150-106	25,0
106-75	22,8
45-75	26,7
<45	14,3

15 Las mezclas se compactaron en muestras cilíndricas conforme al procedimiento utilizado en el ejemplo 3. La Tabla 13 siguiente muestra la densidad en crudo y el aspecto de la superficie.

Tabla 13

Mezcla	Densidad en crudo (g/cm <sup>3</sup> )	Acabado de la superficie
C	7.63	Perfecto
H	7.53	Aceptable

20 Como puede verse por la Tabla 13, la composición que contiene polvo fino da como resultado una densidad en crudo menor y un acabado superficial deteriorado.

### EJEMPLO 5

25 Este ejemplo compara un lubricante conocido, etileno-bisestearamida (EBS), y un ejemplo del lubricante estearamida. Se utilizó un polvo "grueso" conforme al ejemplo 3, que se mezcló con EBS y estearamida, respectivamente, conforme a la Tabla 14. Las muestras se prepararon conforme al procedimiento del ejemplo 3.

Tabla 14

-	EBS (% en peso)	Estearamida (% en peso)
1	0,20	--
2	0,30	--
3	0,40	--
4	0,50	--
5	--	0,10
6	--	0,20
7	--	0,30

Las mezclas de polvo se compactaron en anillos con un diámetro interior de 45 mm, un diámetro exterior de 55 mm y una altura de 10 mm a 1100 MPa. Durante la eyección de las muestras (compactadas), se calculó la energía de eyección total/área envolvente necesaria para eyectar las muestras de la matriz. La Tabla 15 siguiente muestra la energía de eyección/área calculada, la densidad en crudo y el aspecto de la superficie.

Tabla 15. Energía de eyección, densidad en crudo, y aspecto de la superficie

Mezcla	Energía de Eyección [J/cm <sup>2</sup> ]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	Aspecto de la superficie
1	54	7,65	Inaceptable
2	40	7,61	Aceptable
3	33	7,56	Perfecto
4	28	7,51	Perfecto
5	73	7,67	Aceptable
6	38	7,64	Perfecto
7	37	7,59	Perfecto

Como puede verse por la Tabla 15, el nuevo lubricante puede añadirse en una cantidad tan baja como 0,2% y puede obtenerse todavía un acabado superficial perfecto, mientras que, para el lubricante de referencia, EBS, la adición mínima para obtener un acabado superficial perfecto es 0,4%.

EJEMPLO 6

Este ejemplo compara las propiedades magnéticas de componentes fabricados con una cantidad mínima de los componentes lubricantes estearamida y EBS respectivamente, para conseguir valores similares de energía de eyección. Componentes fabricados a partir de la mezcla 2 y la mezcla 6 conforme al ejemplo 5 se compararon en lo que respecta a propiedades magnéticas después de tratamiento térmico.

Se compactaron muestras anulares conforme al ejemplo 5 excepto que la altura era 5 mm. Las muestras crudas se sometieron a tratamiento térmico a 300°C durante 60 min en aire, seguido por un segundo paso de tratamiento térmico a 530° durante 30 min en aire. Los anillos obtenidos tratados térmicamente se enrollaron con 100 vueltas de sentido y 100 vueltas de excitación y se ensayaron en un gráfico de histéresis Brockhaus. La Tabla 16 siguiente muestra el nivel de inducción a 10 kA/m, la permeabilidad relativa máxima, la fuerza coercitiva H<sub>c</sub> y las pérdidas de núcleo a 400 Hz, 1T.

Tabla 16. Propiedades magnéticas blandas

	Muestra 2	Muestra 6
Permeabilidad máxima	480	750
B a 10000 A/m [T]	1,58	1,66
H <sub>c</sub> [A/m]	218	213
Pérdidas de núcleo a 400 Hz, 1T [W/kg]	78,4	42,1

Como puede verse en la Tabla 16, las propiedades magnéticas blandas son superiores para los componentes conforme a la presente invención.

EJEMPLO 7

El ejemplo siguiente muestra la influencia de la temperatura de la matriz sobre las propiedades de eyección y la densidad en crudo de muestras compactadas. En este ejemplo, se seleccionó la amida primaria, estearamida, como el lubricante amídico conforme a la invención. Se añadió 0,2% de estearamida a 2 kg de un polvo magnético blando de grano grueso basado en hierro y aislado eléctricamente conforme al procedimiento del ejemplo 3.

Las mezclas de polvo se compactaron en anillos que tenían un diámetro interior de 45 mm, un diámetro exterior de 55 mm y una altura de 10 mm, a una presión de compactación de 1100 MPa. Se registraron las fuerzas de eyección durante la eyección de las muestras compactadas. Se calculó la energía de eyección total/área envolvente necesaria para eyectar las muestras de la matriz. La Tabla 17 siguiente muestra la energía de eyección, la densidad en crudo y el aspecto de la superficie de las muestras compactadas a temperaturas diferentes de la matriz.

Tabla 17. Energía de eyección, densidad en crudo, y aspecto de la superficie para temperaturas diferentes de la matriz

Temperatura de la Matriz (°C)	Energía de Eyección (J/cm <sup>2</sup> )	Densidad en crudo (g/cm <sup>3</sup> )	Aspecto de la superficie
25	38,4	7,64	Perfecto
50	31,5	7,66	Perfecto
60	30,6	7,67	Perfecto
70	29,3	7,67	Perfecto
80	27,5	7,69	Perfecto

Como puede verse por la Tabla 17, la energía de eyección y la densidad en crudo se ven influenciadas positivamente por el aumento de la temperatura de la matriz.

5 EJEMPLO 8

Este ejemplo compara las propiedades de componentes fabricados conforme a la presente invención con las propiedades de componentes compactados con ayuda de DWL. Tanto en el ejemplo de inventiva como en el ejemplo comparativo se utilizó un polvo "grosso" conforme al ejemplo 3. Como lubricante en el ejemplo de inventiva se utilizó 0,2% en peso de estearamida y la composición de polvo obtenida se compactó a una temperatura controlada de la matriz de 80°C en muestras anulares que tenían una densidad en crudo de 7,6 g/cm<sup>3</sup>. En el ejemplo comparativo no se utilizó lubricante interno alguno, aplicándose en su lugar DWL. Las muestras anulares se compactaron a una densidad de 7,6 g/cm<sup>3</sup> a la temperatura ambiente.

15 El diámetro exterior de las muestras anulares era 55 mm, el diámetro interior 45 mm y la altura 5 mm.

Después de la compactación, se realizó un tratamiento térmico conforme a la Tabla 18. Se midió la resistividad eléctrica específica por un método de 4 puntos. Antes de las medidas magnéticas en el gráfico de histéresis, las muestras anulares se enrollaron con 100 vueltas de excitación y 100 vueltas de sentido. Se anotaron las propiedades DC de un bucle a 10 kA/m. La pérdida de núcleo se midió a frecuencias diferentes a 1T. En la figura 1, se representa gráficamente la pérdida de núcleo/ciclo en función de la frecuencia.

Tabla 18: Propiedades magnéticas

Muestra	Tratamiento térmico	B <sub>10kA/m</sub>	H <sub>c</sub> [A/m]	ρ [μΩm]	Pérdida de núcleo a 1T, 400Hz [W/kg]
Presente invención	530°C, 30min aire	1,65	192	103	41
Método DWL	ninguno	1,66	305	60	60
Método DWL	530°C, 30min aire	1,66	189	3	109

25 De la Tabla 18 y la figura 1 puede deducirse que la presente invención conduce a pérdidas de núcleo significativamente menores en campos alternos debido a la menor H<sub>c</sub> y mayor resistividad comparada con el método DWL.

EJEMPLO 9

30 En este ejemplo se muestra que pueden obtenerse núcleos de hierro en polvo con propiedades magnéticas excelentes por la presente invención. Se muestra también el efecto positivo de una temperatura elevada de la matriz sobre la permeabilidad relativa máxima.

35 Se mezcló un polvo "grosso" conforme al ejemplo 3 con diversos contenidos y tipos de lubricantes. Se fabricaron muestras anulares (OD = 55, ID = 45, h = 5 mm) y barras (30 x 12 x 6 mm) con las condiciones de proceso dadas en la Tabla 19.

40 Se determinó la densidad por medida de la masa y dimensiones de las muestras anulares. La resistividad eléctrica específica se midió en las muestras anulares por un método de 4 puntos. Antes de las medidas magnéticas en un gráfico de histéresis Brockhaus, las muestras anulares se enrollaron con 100 vueltas de excitación y 100 vueltas de sentido. Las propiedades DC tales como μ<sub>max</sub> y H<sub>c</sub> se adquirieron para un bucle a 10 kA/m, mientras que las pérdidas de núcleo se midieron a 1T y 400 Hz. La resistencia a la rotura transversal (TRS) de las piezas sometidas a tratamiento térmico se determinó sobre las barras de ensayo por un método de flexión en 3 puntos.

45 Tabla 19: Condiciones de proceso para las muestras anulares

Muestra	Tipo de lubricante	Cantidad de lubricante (%)	Presión de compactación (MPa)	Temperatura de la matriz (°C)	Tratamiento térmico

ES 2 655 322 T3

Muestra	Tipo de lubricante	Cantidad de lubricante (%)	de en	Presión de compactación (MPa)	Temperatura de la matriz (°C)	Tratamiento térmico
1	Estearamida	0,2		1100	25	300°C 45 min, aire + 520°C*, aire
2	Estearamida	0,2		1100	80	300°C 45 min, aire + 520°C*, aire
3	Estearamida	0,2		800	80	530°C, 30 min, aire
4	Estearamida	0,2		1100	25	530°C, 30 min, aire
5	Estearamida	0,2		1100	80	530°C, 30 min, aire
6	Estearamida	0,1		1100	85	530°C, 30 min, aire
7	Estearamida	0,3		800	25	300°C, 1h, aire + 530°C, 30 min, aire
8	Estearamida	0,3		800	80	300°C, 1h, aire + 530°C, 30 min, aire
9	Estearamida	0,3		1100	25	300°C, 1h, aire + 530°C, 30 min, aire
10	Estearamida	0,3		1100	80	300°C, 1h, aire + 530°C, 30 min, aire
11	Erucamida	0,2		1100	25	330°C, 2h, aire + 530°C, 30 min, aire
12	Erucamida	0,2		1100	25	340°C, 2h, N <sub>2</sub> + 530°C, 30 min, aire

\*Aumento de temperatura aproximadamente 4°C/min en el componente hasta 520°C

Tabla 20: Medidas de las propiedades de los componentes

Muestra	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	$\mu_{max}$	H <sub>c</sub> (A/m)	Resistividad ( $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$ )	Pérdidas de núcleo a 1T 400 Hz (W/kg)	TRS (MPa)
1	7,62	754	209	473	42	93
2	7,63	852	204	230	40	97
3	7,60	718	208	103	43	n.a
4	7,62	602	198	591	39	59
5	7,65	861	178	98	37	68
6	7,71	918	177	66	38	78
7	7,49	669	228	574	46	70
8	7,53	880	202	33	48	81
9	7,56	672	224	515	44	67
10	7,62	860	203	64	43	76
11	7,62	633	192	414	38	54
12	7,68	738	205	614	39	67

## REIVINDICACIONES

1. Composición de polvo constituida por partículas de forma irregular de un material magnético blando de polvo de hierro atomizado en agua o hierro esponjoso sustancialmente puro, en donde menos de 10% en peso de dichas partículas de polvo tienen un tamaño de partícula menor que 45  $\mu\text{m}$ , y en donde dichas partículas de polvo están provistas con una capa eléctricamente aislante, 0,05-2% en peso de un lubricante seleccionado del grupo constituido por amidas primarias de ácidos grasos lineales saturados o insaturados que tienen 12-24 átomos C, y opcionalmente poli(sulfuro de fenileno) en una concentración menor que 2% en peso, en donde dicha composición de polvo es capaz de producir por compactación uniaxial un componente magnético blando.
2. Composición según la reivindicación 1 en donde el ácido graso tiene 14-22 átomos C.
3. Composición según la reivindicación 1 ó 2, en donde la amida de ácido graso se selecciona del grupo constituido por amida de ácido esteárico, amida de ácido oleico, amida de ácido behénico, amida de ácido erúxico, y amida de ácido palmítico.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones, que incluye adicionalmente dicho poli(sulfuro de fenileno).
5. Composición según la reivindicación 4, en donde el poli (sulfuro de fenileno) se utiliza en una cantidad de 0,05-2,0% en peso.
6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la amida de ácido graso está presente en una cantidad de 0,05-1, preferiblemente 0,05-0,8, más preferiblemente 0,1-0,8, y muy preferiblemente 0,1-0,5% en peso.
7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde la capa eléctricamente aislante está hecha de un material inorgánico.
8. Composición según la reivindicación 7, en donde la capa incluye oxígeno y fósforo.
9. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde menos de 5% en peso de dichas partículas de polvo tienen un tamaño de partícula menor que 45  $\mu\text{m}$ .
10. Composición según la reivindicación 9, en donde al menos 20% de las partículas tienen un tamaño de partícula superior a 212  $\mu\text{m}$ .
11. Un método de fabricación de componentes magnéticos blandos que comprende los pasos de:
  - a) mezclar partículas de forma irregular de un polvo magnético blando de hierro atomizado en agua o hierro esponjoso sustancialmente puro, en donde menos de 10% en peso de dichas partículas de polvo tienen un tamaño de partícula menor que 45  $\mu\text{m}$ , y en donde las partículas están rodeadas por una capa eléctricamente aislante, y 0,05-2% en peso de un lubricante seleccionado del grupo constituido por amidas primarias de ácido graso lineal saturado o insaturado que tienen 12-24 átomos C, y opcionalmente poli(sulfuro de fenileno) en una concentración menor que 2% en peso,
  - b) compactar uniaxialmente la composición resultante, y
  - c) someter opcionalmente el componente obtenido a tratamiento térmico.
12. Un método según la reivindicación 11 en donde la compactación se realiza a una temperatura elevada.
13. Un método según la reivindicación 11 ó 12 en donde la cantidad de lubricante está comprendida entre 0,05 y 0,8%, preferiblemente 0,1-0,8, y más preferiblemente 0,1-0,5% en peso.
14. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 11-13, en donde la compactación se realiza a una presión de compactación por encima de 800 MPa.
15. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 11-14 en donde menos de 5% de dichas partículas de polvo tienen un tamaño de partícula menor que 45  $\mu\text{m}$ .
16. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 11-15 en donde el tratamiento térmico se realiza entre 250°C y 550°C.
17. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 11-15 en donde el tratamiento térmico se realiza en un primer paso hasta 350°C, seguido por tratamiento térmico hasta 550°C.
18. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 11-17 en donde el tratamiento térmico se realiza en aire o atmósfera inerte.

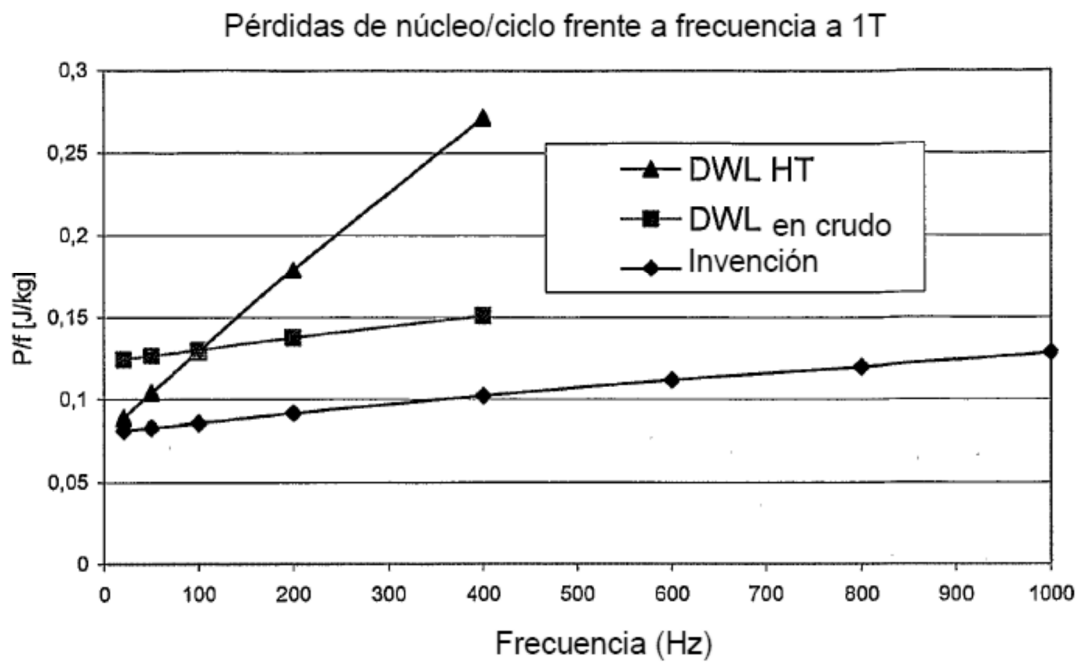


Figura 1: Pérdidas de núcleo/ciclo (bucle) a 1T en función de la frecuencia