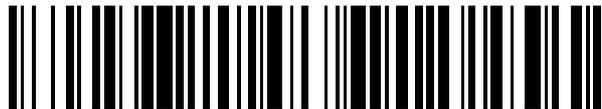


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 683 751**

51 Int. Cl.:

**H01F 1/24** (2006.01)

**H01F 41/02** (2006.01)

**B22F 1/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.12.2011 PCT/EP2011/073212**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.06.2012 WO12084801**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2011 E 11805002 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.05.2018 EP 2656359**

54 Título: **Material inductor**

30 Prioridad:

**23.12.2010 DK 201070587**

**27.01.2011 US 201161436725 P**

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

**27.09.2018**

73 Titular/es:

**HÖGANÄS AB (PUBL) (100.0%)**

**Bruksgatan 35**

**263 83 Höganäs, SE**

72 Inventor/es:

**YE, ZHOU y**

**PERSSON, HANNA**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

ES 2 683 751 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

Material inductor

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un material de polvo compuesto magnético blando para la preparación de componentes magnéticos blandos.

10 Específicamente, la invención se refiere a polvos tales para la preparación de materiales de componentes magnéticos blandos que funcionan a altas frecuencias.

**Antecedentes de la invención**

15 Los materiales magnéticos blandos se usan para diversas aplicaciones, tales como materiales de núcleo en inductores, estatores y rotores para núcleos de máquinas eléctricas, actuadores, sensores y transformadores. Tradicionalmente, los núcleos magnéticos blandos, tales como rotores y estatores en máquinas eléctricas, están compuestos por materiales laminados de acero apilados. Los compuestos magnéticos blandos pueden basarse en partículas magnéticas blandas, habitualmente a base de hierro, con un recubrimiento eléctricamente aislante sobre cada partícula. Mediante la compactación de las partículas aisladas opcionalmente junto con lubricantes y/o aglutinantes usando el procedimiento de pulvimetalurgia tradicional, pueden obtenerse componentes magnéticos blandos. Usando la técnica de pulvimetalurgia es posible producir tales componentes con un mayor grado de libertad en el diseño que usando los materiales laminados de acero, puesto que los componentes pueden transportar un flujo magnético tridimensional y puesto que pueden obtenerse formas tridimensionales mediante el procedimiento de compactación.

25 La presente invención se refiere a un polvo compuesto magnético blando a base de hierro, estando recubiertas las partículas de núcleo del mismo con un recubrimiento seleccionado cuidadosamente que hace que las propiedades del material sean adecuadas para la producción de inductores a través de la compactación del polvo seguida por un procedimiento de tratamiento térmico.

30 Un inductor o reactor es un componente eléctrico pasivo que puede almacenar energía en forma de un campo magnético creado por la corriente eléctrica que pasa a través de dicho componente. La capacidad del inductor para almacenar energía, la inductancia (L) se mide en henrios (H). Normalmente, un inductor es un cable aislado enrollado como una bobina. Una corriente eléctrica que fluye a través de las espiras de la bobina creará un campo magnético alrededor de la bobina, siendo la intensidad de campo proporcional a la corriente y la unidad de longitud/espiras de la bobina. Una corriente variable creará un campo magnético variable que inducirá una tensión opuesta al cambio de corriente que creó.

35 La fuerza electromagnética (EMF) que se opone al cambio en corriente se mide en voltios (V) y está relacionada con la inductancia según la fórmula;

$$v(t) = L \, di(t) / dt$$

40 (L es inductancia, t es tiempo, v(t) es la tensión variable en el tiempo a través del inductor e i(t) es la corriente variable en el tiempo.).

Es decir; un inductor que tiene una inductancia de 1 henrio produce una EMF de 1 voltio cuando la corriente a través del inductor cambia con 1 amperio/segundo.

50 Los inductores de núcleo de hierro o ferromagnético usan un núcleo magnético compuesto por un material ferromagnético o ferrimagnético tal como hierro o ferrita para aumentar la inductancia de una bobina en varios miles aumentando el campo magnético, debido a la mayor permeabilidad del material de núcleo.

55 La permeabilidad magnética,  $\mu$ , de un material es una indicación de su capacidad para transportar un flujo magnético o su capacidad para magnetizarse. La permeabilidad se define como la razón del flujo magnético inducido, indicado por B y medido en newton/amperio\*metro o en voltio\*segundo/metro<sup>2</sup>, con respecto a la fuerza magnetizante o intensidad de campo, indicada como H y medida en amperios/metro, A/m. Por tanto, la permeabilidad magnética tiene la dimensión voltio\*segundo/amperio\*metro. Normalmente, la permeabilidad magnética se expresa como la permeabilidad relativa  $\mu_r = \mu/\mu_0$ , en relación con la permeabilidad del espacio libre,  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  Vs/Am. La permeabilidad puede expresarse también como la inductancia por unidad de longitud, henrios/metro.

60 La permeabilidad magnética no solo depende del material que transporta el flujo magnético, sino también del campo eléctrico aplicado y de la frecuencia del mismo. En los sistemas técnicos con frecuencia se hace referencia a la permeabilidad relativa máxima que es la permeabilidad relativa máxima medida durante un ciclo del campo eléctrico

variable.

Puede utilizarse un núcleo de inductor en sistemas electrónicos de potencia para filtrar señales no deseadas tales como diversos armónicos. Para poder funcionar eficazmente, un núcleo de inductor para tal aplicación tendrá una permeabilidad relativa máxima baja lo que implica que la permeabilidad relativa tendrá una característica más lineal en relación con el campo eléctrico aplicado, es decir permeabilidad incremental estable,  $\mu_{\Delta}$  (tal como se define según  $\Delta B = \mu_{\Delta} \cdot \Delta H$ ), y densidad de flujo de saturación alta. Esto permite que el inductor funcione más eficazmente en una variedad más amplia de corriente eléctrica, esto también puede expresarse como que el inductor tiene "buena polarización de CC". La polarización de CC puede expresarse en lo que se refiere a porcentaje de permeabilidad incremental máxima en un campo eléctrico aplicado especificado, por ejemplo a 4000 A/m. Además, la permeabilidad relativa máxima baja y la una permeabilidad incremental estable combinadas con densidad de flujo de saturación alta permiten que el inductor transporte una corriente eléctrica más elevada que es beneficioso, entre otros, cuando el tamaño es un factor limitante, y por tanto puede usarse un inductor más pequeño.

Un parámetro importante para mejorar el rendimiento del componente magnético blando es reducir sus características de pérdida de núcleo. Cuando un material magnético se expone a un campo variable, se producen pérdidas de energía debido tanto a pérdidas de histéresis como a pérdidas de corriente parásita. La pérdida de histéresis es proporcional a la frecuencia de los campos magnéticos alternantes, mientras que la pérdida de corriente parásita es proporcional al cuadrado de la frecuencia. Por tanto, a altas frecuencias, la pérdida de corriente parásita tiene mucha importancia y es especialmente necesaria para reducir la pérdida de corriente parásita y mantener todavía un nivel bajo de pérdidas de histéresis. Esto implica que es deseable aumentar la resistividad de los núcleos magnéticos.

En la búsqueda de modos de mejorar la resistividad, se han usado y propuesto diferentes métodos. Un método se basa en proporcionar películas o recubrimientos eléctricamente aislantes sobre las partículas de polvo antes de que estas partículas se sometan a compactación. Por tanto, existe un gran número de publicaciones de patentes que enseñan diferentes tipos de recubrimientos eléctricamente aislantes. Ejemplos de patentes publicadas relacionadas con recubrimientos inorgánicos son la patente estadounidense n.º 6.309.748, la patente estadounidense n.º 6.348.265 y la patente estadounidense n.º 6.562.458. Recubrimientos de materiales orgánicos se conocen de, por ejemplo, la patente estadounidense n.º 5.595.609. Recubrimientos que comprenden tanto material inorgánico como orgánico se conocen de, por ejemplo, las patentes estadounidenses n.ºs 6.372.348 y 5.063.011 y la publicación de patente DE 3.439.397, publicación según la cual las partículas están rodeadas por una capa de fosfato de hierro y un material termoplástico. La patente europea EP1246209B1 describe un polvo basado en metal ferromagnético en el que la superficie del polvo a base de metal está recubierta con un recubrimiento que consiste en resina de siliconas y finas partículas de minerales de arcilla que tienen una estructura estratificada tales como bentonita o talco.

El documento US 6.756.118B2 divulga un material compuesto metálico de polvo magnético blando que comprende al menos dos óxidos que encapsulan partículas de metal en polvo, formando los al menos dos óxidos al menos una fase común.

La solicitud de patente JP2002170707A describe una partícula de hierro aleado recubierta con una capa que contiene fósforo, pudiendo ser los elementos de aleación silicio, níquel o aluminio. En una segunda etapa, el polvo recubierto se mezcla con una disolución acuosa de silicato de sodio seguido por secado. Los núcleos de polvo fino se producen moldeando el polvo y tratando térmicamente la pieza moldeada a una temperatura de 500-1000°C.

El silicato de sodio se menciona en el documento JP51-089198 como un agente aglutinante para partículas de polvo de hierro cuando se producen núcleos de polvo fino mediante el moldeo de polvo de hierro seguido por tratamiento térmico de la pieza moldeada.

En el documento JP 2003 124016 A se muestra un componente compactado formado por un polvo de hierro puro recubierto con una película de ácido fosfórico y recubierto además con una película de aislamiento de vidrio soluble/arcilla Kibushi (forma de arcilla de caolín), formado mediante prensa a entre 980 y 2450 MPa y tratado térmicamente después de la compactación a 650°C.

Para obtener componentes compuestos magnéticos blandos de alto rendimiento también debe ser posible someter el polvo aislado eléctricamente a moldeo por compresión a altas presiones ya que con frecuencia se desea obtener piezas que tengan alta densidad. Las altas densidades normalmente mejoran las propiedades magnéticas. Específicamente, se necesitan altas densidades para mantener las pérdidas de histéresis en un nivel bajo y para obtener una densidad de flujo de saturación alta. Adicionalmente, el aislamiento eléctrico debe soportar las presiones de compactación necesarias sin dañarse cuando la pieza compactada se expulsa del troquel. Esto a su vez significa que las fuerzas de expulsión no deben ser demasiado altas.

Además, para reducir las pérdidas de histéresis, se requiere un tratamiento térmico de liberación de tensión de la pieza compactada. Para obtener una liberación de tensión eficaz, el tratamiento térmico debe realizarse preferiblemente a una temperatura por encima de 300°C y por debajo de una temperatura, en la que el recubrimiento

aislante resultará dañado, aproximadamente 700°C, en una atmósfera de, por ejemplo, nitrógeno, argón o aire.

La presente invención se ha realizado en vista de la necesidad de núcleos de polvo destinados principalmente a utilizarse a altas frecuencias, es decir, frecuencias por encima de 2 kHz y particularmente de entre 5 y 100 kHz, donde son esenciales mayor resistividad y menores pérdidas de núcleo. Preferiblemente, la densidad de flujo de saturación debe ser lo suficientemente alta como para reducir el tamaño del núcleo. Adicionalmente, debe ser posible producir los núcleos sin tener que compactar el polvo metálico mediante lubricación de la pared del troquel y/o temperaturas elevadas. Preferiblemente, deben eliminarse estas etapas.

A diferencia de muchos métodos usados y propuestos, en los que se desean bajas pérdidas del núcleo, es una ventaja especial de la presente invención que no es necesario usar ningún agente aglutinante orgánico en la composición del polvo, composición de polvo que se compacta más adelante en la etapa de compactación. El tratamiento térmico del comprimido crudo puede realizarse por tanto a una temperatura más alta sin riesgo de que el agente aglutinante orgánico se descomponga; una temperatura de tratamiento térmico más alta también mejorará la densidad de flujo y reducirá las pérdidas de núcleo. La ausencia de material orgánico en el núcleo final tratado térmicamente también permite que el núcleo pueda usarse en entornos que tienen temperaturas elevadas sin arriesgarse a que se produzca una reducción de resistencia debido a ablandamiento y descomposición de un aglutinante orgánico y se consigue una mejora de la estabilidad a la temperatura.

## Objetos de la invención

Un objeto de la invención según la reivindicación 1, es proporcionar un nuevo polvo compuesto a base de hierro que comprende un núcleo de un polvo de hierro puro, estando la superficie del mismo recubierta con un nuevo recubrimiento aislado eléctricamente de material compuesto. El nuevo polvo compuesto a base de hierro es especialmente adecuado para usarse para la producción de núcleos de inductor para componentes electrónicos de potencia.

Otro objeto de la invención según la reivindicación 10, es proporcionar un método para producir tales núcleos de inductor.

## Sumario de la invención

Al menos uno de estos objetos se logra mediante:

- Un polvo a base de hierro recubierto, comprendiendo el recubrimiento una primera capa que contiene fósforo y una segunda capa que contiene una combinación de silicato alcalino y partículas de arcillas que contienen filosilicatos definidos, en el que la arcilla es talco.

Según una realización el recubrimiento está constituido solamente por estas dos capas.

- Un método para producir un núcleo de inductor sinterizado que comprende las etapas de:

a) proporcionar un polvo de hierro recubierto tal como se indicó anteriormente,

b) compactar el polvo de hierro recubierto, mezclado opcionalmente con un lubricante, en un movimiento de prensa uniaxial en un troquel a una presión de compactación de entre 400 y 1200 MPa

c) expulsar el componente compactado del troquel,

d) tratar térmicamente el componente expulsado a una temperatura de hasta 700°C.

## Descripción detallada de la invención

El polvo a base de hierro es preferiblemente un polvo de hierro puro que tiene un bajo contenido de contaminantes tales como carbono u oxígeno. El contenido de hierro es preferiblemente de por encima del 99,0% en peso, sin embargo también puede ser posible utilizar polvo de hierro aleado con por ejemplo silicio. Para un polvo de hierro puro, o para un polvo a base de hierro aleado con elementos de aleación añadidos intencionadamente, los polvos contienen además de hierro y elementos de aleación posiblemente presentes, elementos traza resultantes de impurezas inevitables producidas por el método de producción. Los elementos traza están presentes en una cantidad tan pequeña que no tienen influencia en las propiedades del material. Ejemplos de elementos traza pueden ser carbono hasta el 0,1%, oxígeno hasta el 0,3%, azufre y fósforo hasta el 0,3% cada uno y manganeso hasta el 0,3%.

El tamaño de partícula del polvo a base de hierro está determinado por el uso previsto, es decir, para qué frecuencia es adecuado el componente. El tamaño de partícula medio del polvo a base de hierro, que es también el tamaño medio del polvo recubierto ya que el recubrimiento es muy fino, puede ser de entre 20 y 300 µm. Ejemplos de

tamaños de partícula medios para polvos a base de hierro adecuados son por ejemplo de 20-80 µm, un denominado polvo de malla 200, 70-130 µm, un polvo de malla 100, o 130-250 µm, un polvo de malla 40.

El primer recubrimiento que contiene fósforo que normalmente se aplica al polvo a base de hierro descubierto puede aplicarse según los métodos descritos en la patente estadounidense 6.348.265. Esto significa que el hierro o polvo a base de hierro se mezcla con ácido fosfórico disuelto en un disolvente tal como acetona seguido por secado para obtener un recubrimiento fino que contiene fósforo y oxígeno sobre el polvo. La cantidad de la disolución añadida depende entre otros del tamaño de partícula del polvo; sin embargo, la cantidad deberá ser suficiente para obtener un recubrimiento que tenga un grosor de entre 20 y 300 nm.

Alternativamente, sería posible añadir un recubrimiento fino que contiene fósforo mezclando un polvo a base de hierro con una disolución de fosfato de amonio disuelto en agua o usando otras combinaciones de sustancias que contienen fósforo y otros disolventes. El recubrimiento que contiene fósforo resultante provoca un aumento en el contenido en fósforo del polvo a base de hierro de entre el 0,01 y el 0,15%.

El segundo recubrimiento se aplica al polvo a base de hierro recubierto con fósforo mezclando el polvo con partículas de una arcilla que contiene filosilicato definido, tal como talco y un silicato alcalino soluble en agua, normalmente conocido como vidrio soluble, seguido por una etapa de secado a una temperatura de entre 20-250°C o a vacío. Los filosilicatos constituyen el tipo de silicatos en los que los tetraedros de silicio están conectados entre sí en forma de capas que tienen la fórmula  $(Si_2O_5^{2-})_n$ . Estas capas se combinan con al menos una capa de hidróxido octaédrico que forma una estructura combinada. Las capas octaédricas pueden contener por ejemplo hidróxidos o bien de aluminio o bien de magnesio o una combinación de los mismos. El silicio en la capa tetraédrica de silicio puede sustituirse parcialmente por otros átomos. Estas estructuras estratificadas combinadas pueden estar cargadas eléctricamente o de manera eléctricamente neutra, dependiendo de los átomos que estén presentes.

Se ha observado que el tipo de filosilicato es de vital importancia para cumplir los objetos de la presente invención. Por tanto, el filosilicato será del tipo que tiene capas sin carga o eléctricamente neutras de la capa tetraédrica de silicio (y octaédrica de hidróxido) combinada. Ejemplos de tales filosilicatos son pirofillita presente en filita, o talco mineral que contiene magnesio. El tamaño de partícula medio de las arcillas que contienen filosilicatos definidos debe estar por debajo de 15, preferiblemente por debajo de 10, preferiblemente por debajo de 5 µm, incluso más preferiblemente por debajo de 3 µm. La cantidad de arcilla que contiene filosilicatos definidos para mezclarse con el polvo a base de hierro recubierto debe ser de entre el 0,2-5%, preferiblemente entre el 0,5-4%, en peso del polvo compuesto a base de hierro recubierto.

La cantidad de silicato alcalino calculado como silicato alcalino sólido que va a mezclarse con el polvo a base de hierro debe ser de entre el 0,1-0,9% en peso del polvo compuesto a base de hierro recubierto, preferiblemente entre el 0,2-0,8% en peso del polvo a base de hierro. Se ha demostrado que pueden utilizarse diversos tipos de silicatos alcalinos solubles en agua, por tanto puede usarse silicato de sodio, potasio y litio. Normalmente, un silicato soluble en agua alcalino se caracteriza por su razón, es decir, la cantidad de  $SiO_2$  dividida entre la cantidad de  $Na_2O$ ,  $K_2O$  o  $Li_2O$  según corresponda, como razón o bien molar o bien en peso. La razón molar del silicato alcalino soluble en agua debe ser de entre 1,5-4, estando incluidos ambos puntos finales. Si la razón molar está por debajo de 1,5, la disolución se vuelve demasiado alcalina, si la razón molar está por encima de 4, precipitará  $SiO_2$ .

#### Tratamiento térmico y compactación

Antes de la compactación, el polvo recubierto a base de hierro puede mezclarse con un lubricante orgánico adecuado tal como una cera, un oligómero o un polímero, un derivado a base de ácido graso o combinaciones del mismo. Ejemplos de lubricantes adecuados son EBS, es decir etilen-bis-estearamida, Kenolube® disponible de Höganäs AB, Suecia, estearatos metálicos tales como estearato de cinc o ácidos grasos u otros derivados de los mismos. El lubricante puede añadirse en una cantidad de entre el 0,05-1,5% de la mezcla total, preferiblemente entre el 0,1-1,2% en peso. La compactación puede realizarse a una presión de compactación de entre 400-1200 MPa a temperatura ambiental o elevada.

Después de la compactación, los componentes compactados se someten a tratamiento térmico a una temperatura de hasta 700°C, preferiblemente entre 500-690°C. Ejemplos de atmósferas adecuadas en el tratamiento térmico son una atmósfera inerte tal como atmósferas de nitrógeno o argón u oxidantes tales como el aire.

Ejemplos del núcleo magnético de polvo de la presente divulgación se obtienen mediante presión formando un polvo magnético a base de hierro cubierto con un nuevo recubrimiento eléctricamente aislante. El núcleo puede caracterizarse por pérdidas totales bajas en el intervalo de frecuencia de 2-100 kHz, normalmente de 5-100 kHz, de aproximadamente menos de 28 W/kg a una frecuencia de 10 kHz y una inducción de 0,1 T. Además de una resistividad,  $\rho$ , de más de 1000, preferiblemente más de 2000 y lo más preferiblemente más de 3000 µΩm, y una densidad del flujo magnético de saturación  $B_s$  por encima de 1,2, preferiblemente por encima de 1,4 y lo más preferiblemente por encima de 1,6 T. Además, la coercividad debe estar por debajo de 300 A/m, preferiblemente por debajo de 280 A/m, lo más preferiblemente por debajo de 250 A/m y la polarización de CC debe ser no menor del

50% a 4000 A/m.

**Ejemplos**

5 El siguiente ejemplo pretende ilustrar realizaciones particulares y no limitar el alcance de la invención.

Ejemplo 1 (que no forma parte de la invención)

10 Se usó un polvo de hierro atomizado con agua pura que tenía un contenido de hierro por encima del 99,5% en peso como las partículas de núcleo. El tamaño de partícula medio del polvo de hierro fue de aproximadamente 45 µm. El polvo de hierro se trató con una disolución que contiene fósforo según la patente estadounidense 6.348.265. El polvo de hierro recubierto con fósforo seco obtenido se mezcló adicionalmente con caolín y silicato de sodio según la tabla 1 siguiente. Después de secar a 120°C durante 1 hora para obtener un polvo seco, el polvo se mezcló con Kenolube® al 0,6% y se compactó a 800 MPa para dar anillos con un diámetro interior de 45 mm, un diámetro exterior de 55 mm y una altura de 5 mm. Los componentes compactados se sometieron después a un procedimiento de tratamiento térmico a 530°C o a 650°C en una atmósfera de nitrógeno durante 0,5 horas.

20 La resistividad específica de las muestras obtenidas se midió mediante una medición de cuatro puntos. Para conseguir la permeabilidad máxima, µ<sub>máx</sub> y las mediciones de coercitividad, los anillos se "cablearon" con 100 espiras para el circuito primario y 100 espiras para el circuito secundario permitiendo mediciones de las propiedades magnéticas con la ayuda de un gráfico de histéresis, Brockhaus MPG 100. Para la pérdida de núcleo, los anillos se "cablearon" con 30 espiras para el circuito primario y 30 espiras para el circuito secundario con la ayuda del instrumento AMH-401POD de Walquer Scientific Inc.

25 Al medir la permeabilidad incremental, los anillos se enrollaron con un tercer enrollamiento suministrando una corriente de polarización de CC de 4000 A/m. La polarización de CC se expresó como porcentaje de permeabilidad incremental máxima.

30 A menos que se indique otra cosa todas las pruebas de los siguientes ejemplos se realizaron en consecuencia.

Para mostrar el efecto de la presencia de caolín y silicato de sodio en el segundo recubrimiento sobre las propiedades del componente compactado y tratado térmicamente, se prepararon las muestras A-D según la tabla 1 que también muestra los resultados de las pruebas de los componentes. Las muestras A-C son ejemplos comparativos y la muestra D no forma parte de la invención.

35 Tabla 1

Muestra	Aditivos		Temperatura de tratamiento térmico	Propiedades del componente						
	% en peso de caolín	% en peso de silicato de sodio		Resistividad [µΩ·m]	Polarización de CC a 4000 A/m [%]	µ <sub>max</sub> [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida de núcleo a 0,05 T 35 kHz [W/kg]	Pérdida de núcleo a 0,1 T 10 kHz [W/kg]	Inducción Bs a 10 kHz [T]
A comp.	-	-	530°C	8000	40	203	306	26	25	2,01
A comp.	-	-	650°C	1	20	190	220	109	52	2,00
B comp.	2%	-	530°C	3000	60	85	422	37	38	1,85
B comp.	2%	-	650°C	10	30	80	420	110	50	1,85
C comp.	-	0,4%	650°C	10	30	199	211	60	58	1,89
D	2%	0,4%	650°C	20000	75	97	222	22	22	1,85

40 Tal como puede observarse a partir de la tabla 1, la combinación de caolín y silicato de sodio mejora considerablemente la resistividad y por tanto reduce las pérdidas del núcleo. Se obtiene una polarización de CC del 75% en el ejemplo según la invención en comparación con la polarización de CC del 30-60% en los ejemplos comparativos.

45 Ejemplo 2 (no forma parte de la invención)

Para ilustrar la importancia de usar un polvo de hierro puro recubierto con fósforo junto con el segundo recubrimiento, se comparó la muestra D tal como se describió anteriormente con una muestra E similar, con la excepción de que la muestra E estaba compuesta por polvo a base de hierro tratado con disolución no fosfórica. El tratamiento térmico se realizó a 650°C en nitrógeno.

50 Tabla 2

Muestra	Aditivos			Propiedades del componente						
	Recubri-	% en	% en	Resistividad	Polari-	µ <sub>max</sub>	Coerci-	Pérdida	Pérdida	Bs a

	miento con P	peso de caolín	peso de silicato de sodio	$[\mu\Omega\cdot m]$	zación de CC a 4000 A/m [%]	[-]	tividad [A/m]	de núcleo a 0,05 T 35 kHz [W/kg]	de núcleo a 0,1 T 10 kHz [W/kg]	10 kHz [T]
D	Sí	2%	0,4%	20000	75	97	222	22	22	1,85
E. comp.	No	2%	0,4%	200	60	113	230	30	31	1,86

Tal como puede observarse a partir de la tabla 2, resulta ventajoso que el polvo de hierro se recubra con una capa que contiene fósforo antes de aplicar la segunda capa.

5 Ejemplo 3 (no forma parte de la invención)

Este ejemplo muestra que el concepto de recubrimiento doble según la divulgación puede aplicarse a diferentes tamaños de partícula del polvo de hierro polvo mientras se sigue obteniendo el efecto deseado. Para la muestra F) se ha usado un polvo de hierro que tiene un tamaño de partícula medio de ~45  $\mu m$ , para la muestra G) se ha usado un polvo de hierro que tiene un tamaño de partícula medio de ~100  $\mu m$  y para la muestra H) se ha usado un polvo de hierro que tiene un tamaño de partícula medio de ~210  $\mu m$ . Los polvos se recubrieron con una primera capa que contiene fósforo. Después, algunas muestras se trataron adicionalmente con caolín al 1% y silicato de sodio al 0,4% como se describió anteriormente. El tratamiento térmico se realizó a 650°C en nitrógeno. Los resultados de las pruebas de las muestras F-H con y sin la segunda capa, se muestran en la tabla 3.

15 Tabla 3

Muestra	Propiedades del componente								
	% en peso de caolín	% en peso de silicato de sodio	Resistividad $[\mu\Omega\cdot m]$	Polarización de CC a 4000 A/m [%]	$\mu_{max}$ [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida de núcleo a 0,05 T 35 kHz [W/kg]	Pérdida de núcleo a 0,1 T 10 kHz [W/kg]	Bs a 10 kHz [T]
F	1%	0,4%	15000	70	104	226	21	21	1,90
Muestra F solo primera capa Comp.	-	-	1	20	190	230	109	52	2,01
G	1%	0,4%	19000	55	130	177	31	30	1,92
Muestra G solo primera capa Comp.	-	-	1	15	260	180	151	72	2,03
H	1%	0,4%	35000	40	135	140	40	40	1,94
Muestra H solo primera capa Comp.	-	-	1	10	554	140	200	80	2,08

La tabla 3 muestra que independientemente del tamaño de partícula del polvo de hierro se obtienen enormes mejoras en cuanto a la resistividad, pérdidas de núcleo y polarización de CC para los componentes según la presente divulgación.

Ejemplo 4 (las muestras con caolín no forman parte de la invención)

El ejemplo 4 ilustra que es posible usar diferentes tipos de vidrio soluble y diferentes tipos de arcillas que contienen filosilicatos definidos. Los polvos se recubrieron tal como se describió anteriormente con la excepción de que se utilizaron diversos silicatos (Na, K y Li) y diversas arcillas, caolín y talco, que contienen filosilicatos que tienen capas eléctricamente neutras. En los ejemplos comparativos, se usaron arcillas que contienen filosilicatos que tienen una capa cargada eléctricamente, Veegum® y una mica. Veegum® es el nombre comercial de una arcilla del grupo de las esmectitas que contiene el mineral montmorillonita. La mica utilizada fue la moscovita. La segunda capa en todas las pruebas contenía el 1% de arcilla y el 0,4% en peso de vidrio soluble. El tratamiento térmico se realizó a 650°C en nitrógeno.

La tabla 4 siguiente muestra los resultados de las pruebas de los componentes.

35 Tabla 4

Muestra	Aditivos			Propiedades del componente						
	Tipo de arcilla	Tipo de silicato	Razón molar del silicato	Resistividad $[\mu\Omega\cdot m]$	Polarización de CC a 4000	$\mu_{max}$ [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida de núcleo a 0,05 T	Pérdida de núcleo a 0,1 T	Bs a 10 kHz [T]

					A/m [%]			35 kHz [W/kg]	10 kHz [W/kg]	
I	Caolín	Na	2,5	15000	70	118	213	21	21	1,90
J. inv.	Talco	Na	2,5	15000	55	143	211	22	21	1,93
K. comp.	Veegum®	Na	2,5	20	55	137	213	31	30	1,90
L. comp.	Mica	Na	2,5	80	40	175	219	34	32	1,95
M	Caolín	Na	2,32	15000	65	125	217	20	20	1,90
N	Caolín	K	3,37	18000	65	128	223	24	24	1,91
O	Caolín	Li	2,5	16000	75	110	235	23	23	1,89

Tal como resulta evidente a partir de la tabla 4 pueden utilizarse diversos tipos de vidrio soluble y arcillas que contienen filosilicatos definidos siempre que el filosilicato sea del tipo que tiene capas de eléctricamente neutras .

5 Ejemplo 5 (no forma parte de la invención)

El ejemplo 5 ilustra que variando las cantidades de arcilla y silicato alcalino en la segunda capa pueden controlarse y optimizarse las propiedades del componente compacto y tratado térmicamente. Las muestras se separaron y se sometieron a prueba tal como se describió anteriormente. Para la resistencia a la rotura transversal se fabricaron y se sometieron a prueba muestras según la norma SS-ISO 3325. El tratamiento térmico se realizó a 650°C en atmósfera de nitrógeno.

La tabla 5 siguiente muestra los resultados de las pruebas.

15 Tabla 5

Muestra	Aditivos		Propiedades del componente							
	Caolín % en peso	Silicato % en peso	Resistencia a la rotura transversal TRS [MPa]	Resisti- vidad [ $\mu\Omega\cdot m$ ]	Polariza- ción de CC a 4000 A/m [%]	$\mu_{max}$ [-]	Coer- citi- vidad [A/m]	Pérdida de núcleo a 0,05 T 35 kHz [W/kg]	Pérdida de núcleo a 0,1 T 10 kHz [W/kg]	Bs a 10 kHz [T]
P. comp.	-	0,4	55	1	30	199	211	60	58	1,96
Q	0,5	0,4	43	3000	65	134	217	22	21	1,93
R	1	0,2	35	5000	66	134	213	23	22	1,92
S	1	0,3	35	10000	68	130	211	22	22	1,90
T	1	0,4	30	15000	75	118	213	21	21	1,90
U	1	0,6	29	12000	75	115	212	23	21	1,89
V	1	0,8	29	10000	77	110	226	22	23	1,88
W	1	1	31	500	75	116	201	21	22	1,86
W comp.	1	1	31	500	75	116	201	21	22	1,86
X. comp.	1	1,2	30	200	70	122	211	21	21	1,89
Y. comp.	2	-	20	3000	65	85	242	30	29	1,85
Z	2	0,4	24	20000	75	97	222	22	22	1,85
Aa	2	0,8	24	15000	78	80	253	24	23	1,80
Bb	3	0,4	18	25000	70	120	222	24	25	1,80
Cc	5	0,4	8	10000	60	160	234	32	31	1,70

Tal como puede observarse a partir de la tabla 5, si el contenido de silicato de sodio en la segunda capa supera el 0,9% en peso, la resistividad disminuirá. La resistividad también disminuye con el contenido decreciente de silicato de sodio, por tanto el contenido de silicato estará entre el 0,1-0,9% en peso, preferiblemente entre el 0,2-0,8 % en peso del polvo compuesto a base de hierro total. Además, un aumento del contenido en arcilla en la segunda capa de hasta aproximadamente el 4 % aumentará la resistividad pero disminuirá la pérdida de núcleo debido al aumento de la coercitividad, la disminución de TRS, la inducción y la polarización de CC. Por tanto, el contenido de arcilla en la segunda capa se mantendrá por debajo del 5 %, preferiblemente por debajo del 4% en peso del polvo compuesto a base de hierro. El límite mínimo para el contenido de arcilla es del 0,2%, preferiblemente del 0,4% ya que un contenido demasiado bajo de arcilla tendrá una influencia perjudicial sobre la resistividad, la pérdida de núcleo y la polarización de CC.

30 Ejemplo 6 (no forma parte de la invención)

El ejemplo 6 siguiente ilustra que los componentes producidos a partir de polvo según la divulgación pueden tratarse térmicamente en diferentes atmósferas. Las muestras a continuación se han tratado tal como se describió anteriormente, el contenido de caolín en la segunda capa era del 1% y el contenido de silicato de sodio era del 0,4% en peso del polvo de hierro compuesto. Las muestras Dd y Ee se trataron térmicamente a 650°C en nitrógeno y aire respectivamente. Los resultados de las pruebas se muestran en la tabla 6.

Tabla 6

Muestra	Atmósfera de tratamiento térmico	Propiedades del componente							
		Resistencia a la rotura transversal TRS [MPa]	Resistividad [ $\mu\Omega\cdot m$ ]	Polarización de CC a 4000 A/m [%]	$\mu_{max}$ [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida de núcleo a 0,05 T 35 kHz [W/kg]	Pérdida de núcleo a 0,1 T 10 kHz [W/kg]	Bs a 10 kHz [T]
Dd	Nitrógeno	30	15000	77	118	206	21	21	1,88
Ee	Aire	35	12000	72	131	240	24	23	1,88

La tabla 6 muestra que se obtienen una alta resistividad, bajas pérdidas del núcleo, alta inducción y una buena polarización de CC para los componentes según la invención tratados térmicamente a 650°C independientemente de si se tratan térmicamente en atmósfera de nitrógeno o en aire.

5

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Polvo compuesto a base de hierro que comprende partículas de núcleo recubiertas con una primera capa que contiene fósforo y una segunda capa que contiene un silicato alcalino combinadas con un mineral de arcilla que contiene un filosilicato, siendo la capa tetraédrica de silicio-oxígeno y las capas octaédricas de hidróxido combinadas de la misma eléctricamente neutras, caracterizado porque la arcilla es talco.
- 10 2. Polvo compuesto a base de hierro según la reivindicación 1, en el que la capa que contiene fósforo tiene un grosor de entre 20 y 300 nm.
- 15 3. Polvo compuesto a base de hierro según la reivindicación 1 ó 2, en el que el recubrimiento de fósforo se proporciona poniendo en contacto las partículas de núcleo con un compuesto de fósforo en un disolvente y después eliminando el disolvente por secado.
- 20 4. Polvo compuesto a base de hierro según la reivindicación 3, en el que el compuesto de fósforo es ácido fosfórico o fosfato de amonio.
- 25 5. Polvo compuesto a base de hierro según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que las partículas de núcleo son partículas de hierro que tienen un contenido en hierro por encima del 99,5% en peso.
- 30 6. Polvo compuesto a base de hierro según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que el contenido de silicato alcalino es de entre el 0,1-0,9% en peso, preferiblemente de entre el 0,2-0,8% en peso del polvo compuesto a base de hierro.
- 35 7. Polvo compuesto a base de hierro según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el contenido de arcilla es de entre el 0,2-5% en peso, preferiblemente de entre el 0,5-4% en peso del polvo compuesto a base de hierro.
- 40 8. Polvo compuesto a base de hierro según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el silicato alcalino se selecciona del grupo de un silicato de sodio, silicato de potasio o un silicato de litio y las razones molares del mismo son de entre 1,5 - 4.
9. Polvo compuesto a base de hierro según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que las partículas de núcleo tienen un tamaño de partícula medio de entre 20-300 µm.
10. Método para producir un componente compacto y tratado térmicamente que comprende las etapas de:
  - a) proporcionar un polvo de hierro recubierto según cualquiera de las reivindicaciones 1-9,
  - b) compactar el polvo de hierro recubierto, mezclado opcionalmente con un lubricante, en un movimiento de prensa uniaxial en un troquel a una presión de compactación de entre 400 y 1200 MPa,
  - c) expulsar el componente compactado del troquel,
  - d) tratar térmicamente el componente expulsado en una atmósfera no reductora a una temperatura de hasta 700°C.