

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 693 646**

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: **05.04.2012 PCT/EP2012/056269**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.10.2012 WO12136758**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.04.2012 E 12713715 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.08.2018 EP 2695171**

54 Título: **Nueva composición de polvo compuesto basado en hierro y método de fabricación para el componente de polvo**

30 Prioridad:

07.04.2011 EP 11161536

12.04.2011 US 201161474468 P

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

13.12.2018

73 Titular/es:

HÖGANÄS AB (PUBL) (100.0%)

Bruksgatan 35

263 83 Höganäs, SE

72 Inventor/es:

YE, ZHOU y

STAFFANSSON, HANNA

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 693 646 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

Nueva composición de polvo compuesto basado en hierro y método de fabricación para el componente de polvo

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 así como a los componentes magnéticos blandos que se obtienen usando este polvo compuesto magnético blando. Específicamente, la invención se refiere a tales polvos para la preparación de materiales de componentes magnéticos blandos que funcionan a altas frecuencias, los componentes adecuados como inductores o reactores para electrónica de potencia.

Antecedentes de la invención

Los materiales magnéticos blandos se usan para diversas 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, se componen de materiales laminados de acero apilados. Los materiales compuestos magnéticos blandos pueden estar basados en partículas magnéticas blandas, habitualmente basadas en hierro, con un recubrimiento eléctricamente aislante sobre cada partícula. Mediante compactación de las partículas aisladas opcionalmente junto con lubricantes y/o aglutinantes usando el procedimiento de pulvimetalurgia de manera tradicional, pueden obtenerse componentes magnéticos blandos. Usando la técnica pulvimetalúrgica es posible producir tales componentes con un mayor grado de libertad en el diseño que usando los materiales laminados de acero, ya que los componentes pueden conducir un flujo magnético tridimensional y ya que pueden obtenerse formas tridimensionales mediante el procedimiento de compactación.

La presente invención se refiere a un polvo compuesto magnético blando basado en hierro, recubriéndose 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, seguido por un procedimiento de tratamiento con calor.

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 de un inductor para almacenar energía, la inductancia (L) se mide en henrios (H). Normalmente, un inductor es un hilo aislado devanado 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 a las espiras/unidad de longitud de la bobina. Una corriente variable creará un campo magnético variable que inducirá una tensión que se opone al cambio de la corriente que lo creó.

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

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

(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 según 1 amperio/segundo.

Los inductores de núcleo ferromagnético o de hierro usan un núcleo magnético que se compone de un material ferromagnético o ferrimagnético, tal como hierro o ferrita, para aumentar la inductancia de una bobina en varios millares mediante el incremento aumentando el campo magnético, debido a la mayor permeabilidad del material de núcleo.

La permeabilidad magnética, μ , de un material es una muestra de su capacidad para conducir un flujo magnético o su capacidad para magnetizarse. La permeabilidad se define como la razón del flujo magnético inducido, indicado como B y medido en newtons/amperio*metro o en voltios*segundo/metro², y la fuerza magnetizante o intensidad de campo, indicada como H y medida en amperios/metro, A/m. De ahí que la permeabilidad magnética tenga las dimensiones de voltios*segundo/amperio*metro. Normalmente, la permeabilidad magnética se expresa como la permeabilidad relativa $\mu_r = \mu/\mu_0$, en relación con la permeabilidad de vacío, $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Vs/Am.

La permeabilidad también puede expresarse como la inductancia por longitud unitaria, henrios/metro. La permeabilidad magnética no depende sólo del material que conduce el flujo magnético sino también del campo eléctrico aplicado y de la frecuencia del mismo. En sistemas técnicos, a menudo se denomina permeabilidad relativa máxima que es la permeabilidad relativa máxima medida durante un ciclo del campo eléctrico variable.

Puede usarse un núcleo de inductor en sistemas de electrónica de potencia para filtrar señales no deseadas tales como diversos armónicos. Con el fin de que el núcleo de inductor funcione de manera eficaz para tal aplicación deberá tener una baja permeabilidad relativa máxima, lo que implica que la permeabilidad relativa tendrá una característica más lineal en relación con el campo eléctrico aplicado, es decir una permeabilidad incremental estable, μ_{Δ} (definida según $\Delta B = \mu_{\Delta} \cdot \Delta H$), y alta densidad de flujo de saturación. Esto permite que el inductor funcione de manera más eficaz en un intervalo más amplio de corriente eléctrica, esto también puede expresarse como que el inductor tiene "buena polarización de CC". La polarización de CC puede expresarse en cuanto al porcentaje de la permeabilidad incremental máxima a un campo magnético aplicado especificado, por ejemplo a 4000 A/m. Además, una baja permeabilidad relativa máxima y una permeabilidad incremental estable combinadas con una alta densidad de flujo de saturación, permite que el inductor conduzca una mayor corriente eléctrica, lo que es entre otras cosas beneficioso cuando el tamaño es un factor limitante, por tanto puede usarse un inductor más pequeño.

Un parámetro importante con el fin de mejorar el rendimiento del componente magnético blando es reducir sus características de pérdida en núcleo. Cuando un material magnético se expone a un campo variable, se producen pérdidas de energía debidas tanto a pérdidas por histéresis como a pérdidas por corrientes parásitas. La pérdida por histéresis es proporcional a la frecuencia de los campos magnéticos alternos, mientras que la pérdida por corrientes parásitas es proporcional al cuadrado de la frecuencia. Por tanto, a altas frecuencias, la pérdida por corrientes parásitas tiene mayor importancia y se requiere especialmente reducir la pérdida por corrientes parásitas y mantener todavía un bajo nivel de pérdida por histéresis. Esto implica que se desee aumentar la resistividad de núcleos magnéticos.

En la búsqueda de vías para 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 hay un gran número de publicaciones de patente que enseñan diferentes tipos de recubrimientos eléctricamente aislantes. Ejemplos de patentes publicadas relativas a recubrimientos inorgánicos son la patente estadounidense n.º 6.309.748, la patente estadounidense n.º 6.348.265 y el documento US 6.562.458. Se conocen recubrimientos de materiales orgánicos a partir de, por ejemplo, la patente estadounidense n.º 5.595.609. Se conocen recubrimientos que comprenden materiales tanto inorgánicos como orgánicos a partir de, por ejemplo, las patentes estadounidenses n.ºs 6.372.348 y 5.063.011 y la publicación de patente DE 3.439.397, según dicha publicación 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 basado en metal se recubre con un recubrimiento que consiste en resina de silicona y partículas finas de minerales de arcilla que tienen una estructura estratificada tales como bentonita o talco.

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

La solicitud de patente JP2002170707A describe una partícula de hierro aleado recubierta con una capa que contiene fósforo, los elementos de aleación pueden ser 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 pulverulentos se producen moldeando el polvo y se trata con calor la pieza moldeada a una temperatura de 500-1000°C.

Se menciona el silicato de sodio en el documento JP51-089198 como agente aglutinante para partículas de polvo de hierro cuando se producen núcleos pulverulentos moldeando el polvo de hierro seguido por tratamiento con calor de la pieza moldeada.

El documento US 6 903 641 B2 da a conocer un procedimiento para producir un núcleo magnético de polvo que comprende polvo Sendust (Fe-9Si-6Al) y polvo de hierro puro, ambos recubiertos con una película de aislamiento basada en fosfato formada en una matriz compactada a ≤ 700 MPa y sometida a recocido al aire a 300-500°C.

Se muestra en el documento JP 2003 124016 A un componente compactado formado por un polvo de Fe-13Cr recubierto con película de ácido fosfórico y recubierto adicionalmente con una película de aislamiento de vidrio soluble/arcilla Kibushi (una forma de arcilla de tipo caolín), conformado a presión a 980-2450 MPa y tratado con calor después de la compactación a 650°C.

Con el fin de obtener componentes de material compuesto magnético blando de alto rendimiento, también debe ser posible someter a compresión el polvo eléctricamente aislado moldeando a altas presiones tal como se desea a menudo para obtener piezas que tienen alta densidad. Las altas densidades mejoran normalmente las propiedades magnéticas. Específicamente, son necesarias altas densidades con el fin de mantener las pérdidas por histéresis en un bajo nivel y para obtener alta densidad de flujo de saturación. Además, el aislamiento eléctrico debe soportar las presiones de compactación necesarias sin que se dañe cuando la pieza compactada se expulsa de la matriz. Esto supone a su vez que las fuerzas de expulsión no deben ser demasiado altas. Además, con el fin de reducir las pérdidas por histéresis, se requiere un tratamiento con calor de liberación de esfuerzos de la pieza compactada. Con el fin de obtener una liberación efectiva de esfuerzos, el tratamiento con calor debe realizarse preferiblemente a

temperatura superior a 300°C e inferior a una temperatura en la que se dañará el recubrimiento aislante, en una atmósfera de, por ejemplo, nitrógeno, argón o aire, o a vacío.

La presente invención se ha realizado en vista de la necesidad de núcleos de polvo que se destinan principalmente para su uso a mayores frecuencias, es decir frecuencias superiores a 2 kHz y particularmente de entre 5 y 100 kHz, a las que son esenciales una mayor resistividad y menores pérdidas en núcleo. Preferiblemente, la densidad de flujo de saturación debe ser lo suficientemente alta como para la disminución de tamaño del núcleo. Además deber ser posible producir los núcleos sin tener que compactar el polvo de metal usando lubricación de pared de matriz y/o temperaturas elevadas. Preferiblemente deben eliminarse estas etapas.

A diferencia de muchos métodos usados y propuestos, en los que se desean bajas pérdidas en núcleo, es una ventaja especial de la presente invención que no sea necesario usar ningún agente aglutinante orgánico en la composición de polvo, composición de polvo que se compacta más tarde en la etapa de compactación. Por tanto, el tratamiento con calor de la pieza en verde puede realizarse a mayor temperatura sin correr el riesgo de que se descomponga cualquier cantidad de agente aglutinante orgánico; una mayor temperatura de tratamiento con calor también mejorará la densidad de flujo y reducirá las pérdidas en núcleo. La ausencia de material orgánico en núcleo tratado con calor, final permite que se use el núcleo en entornos con temperaturas elevadas sin correr el riesgo de resistencia reducida debido al ablandamiento y descomposición de un aglutinante orgánico, y por tanto se logra una estabilidad térmica mejorada.

Objetos de la invención

Un objeto de la invención es proporcionar un nuevo polvo compuesto basado en hierro que comprende un núcleo de un polvo basado en hierro, recubriéndose la superficie del mismo con un nuevo recubrimiento compuesto eléctricamente aislante. El nuevo polvo compuesto basado en hierro que es especialmente adecuado para usarse para la producción de núcleos de inductor para electrónica de potencia.

Otro objeto de la invención es proporcionar un método para producir tales núcleos de inductor.

La presente invención proporciona una mezcla de polvo de hierro y métodos de procedimiento para tratar dicha mezcla que puede usarse para preparar, por ejemplo, inductores que tienen alta densidad de flujo de saturación, menor pérdida en núcleo, y puede simplificarse el procedimiento de fabricación del mismo .

Sumario de la invención

Al menos uno de estos objetos se logra mediante:

- Una composición de polvo basada en hierro recubierto, según la reivindicación 1, comprendiendo el recubrimiento una primera capa que contiene fósforo

en la que

la composición de polvo basada en hierro comprende una mezcla de polvo de hierro y Sendust. El polvo de hierro se recubre adicionalmente mediante una segunda capa que contiene una combinación de silicato alcalino y partículas de arcillas que contienen filosilicatos definidos; o una capa metalorgánica.

- Un método para producir un núcleo de inductor según la reivindicación 11, que comprende las etapas de:

a) proporcionar una composición de polvo de hierro recubierto como anteriormente,

b) compactar la mezcla de polvo de hierro recubierto y Sendust, opcionalmente mezclada con un lubricante, en un movimiento de prensado uniaxial en una matriz a una presión de compactación de entre 400 y 1200 MPa

c) expulsar el componente compactado de la matriz.

d) tratar con calor el componente expulsado a una temperatura de hasta 800°C.

Descripción detallada de la invención

La composición es una composición de polvo compuesto basado en hierro que comprende partículas de núcleo recubiertas con una capa que contiene un silicato alcalino combinado con un mineral de arcilla que contiene un filosilicato, en la que la capa tetraédrica de silicio-oxígeno y las capas octaédricas de hidróxido combinadas del mismo preferiblemente son eléctricamente neutras,

en la que las partículas de núcleo son una mezcla de

(a) partículas de aleación de hierro que consisten esencialmente en del 7% al 13% en peso de silicio, del 4% al 7% en peso de aluminio y siendo el resto hierro, y

(b) partículas de hierro atomizadas.

5 Las partículas de aleación de hierro también pueden denominarse "Sendust" o "partículas de Sendust".

10 En una realización preferida, las partículas de Sendust se recubren con una capa que contiene fósforo antes del recubrimiento con dicho silicato alcalino combinado con un mineral de arcilla que contiene un filosilicato. Por motivos de brevedad, este recubrimiento puede denominarse "recubrimiento de silicato alcalino", o "recubrimiento de arcilla". Este recubrimiento puede estar basado, por ejemplo, en caolín o talco.

15 Las partículas atomizadas se recubren con una capa que contiene fósforo antes del recubrimiento con dicho recubrimiento de silicato alcalino.

20 En la totalidad del texto, los términos "capa" y "recubrimiento" pueden usarse de manera intercambiable. Las partículas de hierro pueden estar en forma de un polvo de hierro puro que tiene un bajo contenido de contaminantes tales como carbono u oxígeno. El contenido de hierro es preferiblemente superior al 99,0% en peso, sin embargo también puede ser posible utilizar polvo de hierro aleado, por ejemplo, con silicio. Para un polvo de hierro puro, o para un polvo basado en hierro aleado con elementos de aleación añadidos intencionadamente, los polvos contienen además de hierro y posibles elementos de aleación existentes, elementos traza que resultan de impurezas inevitables provocadas por el método de producción. Los elementos traza están presentes en una cantidad tan pequeña que no influyen (o sólo lo hacen ligeramente) 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%.

30 El tamaño de partícula del polvo basado en hierro está determinado por el uso pretendido, es decir para qué frecuencia es adecuado el componente. El tamaño medio de partícula de los polvos basados en hierro, que también es el tamaño medio del polvo recubierto así como ya que el recubrimiento es muy delgado, puede ser de entre 20 y 300 µm. Ejemplos de tamaño medio de partícula para polvos basados en hierro adecuados son, por ejemplo, de 20-80 µm, para un denominado polvo de malla 200, 70-130 µm, para un polvo de malla 100, o 130-250 µm, para un polvo de malla 40.

35 Las partículas de aleación de hierro pueden consistir esencialmente en del 7% al 13% en peso de silicio, del 4% al 7% en peso de aluminio, siendo el resto hierro, siendo la parte restante impurezas.

Se conoce un polvo de este tipo en el campo como Sendust. Normalmente, Sendust contiene esencialmente el 84-86% de Fe, el 9-10% de Si y el 5-6% de Al, en peso.

40 Las partículas de hierro pueden atomizarse con agua o atomizarse con gas. Se conocen métodos para atomizar hierro en la bibliografía.

45 El recubrimiento que contiene fósforo que se aplica normalmente al polvo basado en hierro desnudo puede aplicarse según los métodos descritos en la patente US 6.348.265. Esto significa que el hierro o el polvo basado en hierro se mezclan con ácido fosfórico disuelto en un disolvente tal como acetona seguido por secado con el fin de obtener en el polvo un recubrimiento delgado que contiene fósforo y oxígeno. La cantidad de disolución añadida depende, entre otras cosas, del tamaño de partícula del polvo; sin embargo, la cantidad debe ser suficiente con el fin de obtener un recubrimiento que tenga un grosor de entre 20 y 300 nm.

50 Alternativamente, sería posible añadir un recubrimiento delgado que contiene fósforo mezclando un polvo basado en 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 del contenido de fósforo del polvo basado en hierro de entre el 0,01 y el 0,15%.

55 El recubrimiento de silicato alcalino se aplica al polvo basado en hierro recubierto con fósforo mezclando el polvo con partículas de una arcilla o una mezcla de arcillas que contienen un filosilicato definido y un silicato alcalino soluble en agua, que se conoce normalmente 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 el que los tetraedros de silicio se conectan 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 octaédrica formando 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 de silicio tetraédrica puede reemplazarse parcialmente por otros átomos. Estas estructuras estratificadas combinadas pueden presentar electroneutralidad o estar cargadas eléctricamente, dependiendo de qué átomos estén presentes.

65 Se ha observado que el tipo de filosilicato es de vital importancia con el fin de cumplir los objetos de la presente

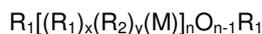
invención. Por tanto, el filosilicato deberá ser del tipo que tiene capas no cargadas o que presentan electroneutralidad de la capa de silicio tetraédrica y de hidróxido octaédrica combinadas. Ejemplos de tales filosilicatos son caolinita presente en el caolín, pirofilita presente en filita, o el mineral que contiene magnesio, el talco. El tamaño medio de partícula de las arcillas que contienen filosilicatos definidos deberá ser inferior a 15 μm , preferiblemente inferior a 10, preferiblemente inferior a 5, incluso más preferiblemente inferior a 3 μm . La cantidad de arcilla que contiene filosilicatos definidos que va a mezclarse con el polvo basado en hierro recubierto deberá ser de entre el 0,2-5%, preferiblemente de entre el 0,5-4%, en peso del polvo compuesto basado en hierro recubierto.

La cantidad de silicato alcalino calculado como silicato alcalino sólido que va a mezclarse con el polvo basado en hierro recubierto deberá ser de entre el 0,1-0,9% en peso del polvo compuesto basado en hierro, preferiblemente de entre el 0,2-0,8% en peso del polvo basado en hierro. Se ha demostrado que pueden usarse diversos tipos de silicato alcalinos solubles en agua, por tanto puede usarse silicato de sodio, potasio y litio. Normalmente un silicato alcalino soluble en agua se caracteriza por su razón, es decir la cantidad de SiO_2 dividida por la cantidad de Na_2O , K_2O o Li_2O según sea aplicable, como razón en peso o molar. La razón molar del silicato alcalino soluble en agua debe ser de entre 1,5-4, incluidos ambos extremos. Si la razón molar es inferior a 1,5, la disolución se alcaliniza demasiado, si la razón molar es superior a 4, precipitará SO_2 .

Puede ser posible omitir el segundo recubrimiento de caolín-silicato de sodio sobre las partículas de Sendust y lograr todavía excelentes propiedades magnéticas. Sin embargo, con el fin de mejorar adicionalmente las propiedades magnéticas, la segunda capa de recubrimiento debe cubrir tanto el Sendust como el polvo de hierro.

En una realización alternativa, el recubrimiento de silicato alcalino (o arcilla) puede reemplazarse por un recubrimiento metalorgánico (segundo recubrimiento)

En este caso, al menos una capa metalorgánica está ubicada en el exterior de la primera capa basada en fósforo. La capa metalorgánica es de un compuesto metalorgánico que tiene la fórmula general:



en la que:

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

O es oxígeno;

R_1 es un grupo hidrolizable;

R_2 es un resto orgánico y en la que al menos un R_2 contiene al menos un grupo amino;

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

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

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

R_1 en el compuesto metalorgánico puede ser un grupo alcoxilo que tiene menos de 4 átomos de carbono, preferiblemente menos de 3

R_2 es un resto orgánico, lo que significa que el grupo R_2 contiene una parte o porción orgánica. R_2 puede incluir 1-6 átomos de carbono, preferiblemente 1-3. R_2 puede incluir además uno o más heteroátomos seleccionados del grupo que consiste en N, O, S y P. El grupo R_2 puede ser lineal, ramificado, cíclico o aromático.

R_2 puede incluir uno o más de los siguientes grupos funcionales: amina, diamina, amida, imida, epoxi, hidroxilo, óxido de etileno, ureido, uretano, isocianato, acrilato, gliceril-acrilato, bencil-amino, vinilbencil-amino. El grupo R_2 puede modificarse entre cualquiera de los grupos funcionales R_2 y un grupo alquilo hidrófobo con unidades de repetición.

El compuesto metalorgánico puede seleccionarse de los derivados, productos intermedios u oligómeros de silanos, siloxanos y silsesquioxanos o los titanatos, aluminatos o zirconatos correspondientes.

Según una realización, al menos un compuesto metalorgánico en una capa metalorgánica es un monómero (n=1).

Según otra realización, al menos un compuesto metalorgánico en una capa metalorgánica es un oligómero (n=2-20).

- 5 Según otra realización, la capa metalorgánica ubicada en el exterior de la primera capa es de un monómero del compuesto metalorgánico y en el que la capa metalorgánica más externa es de un oligómero del compuesto metalorgánico. La funcionalidad química del monómero y del oligómero no es necesariamente igual. La razón en peso de la capa del monómero del compuesto metalorgánico y la capa del oligómero del compuesto metalorgánico puede ser de entre 1:0 y 1:2, preferiblemente de entre 2:1-1:2.
- 10 Si el compuesto metalorgánico es un monómero puede seleccionarse del grupo de trialcoxi y dialcoxisilanos, titanatos, aluminatos o zirconatos. Por tanto, el monómero del compuesto metalorgánico puede seleccionarse de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-aminoetil-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-aminoetil-3-aminopropilmetildimetoxisilano, 1,7-bis(trietoxisilil)-4-azaheptano, propiltrimetoxisilano triamino-funcional, 3-ureidopropiltriethoxisilano, 3-isocianatopropiltriethoxisilano, isocianurato de tris(3-trimetoxisililpropilo), O-(propargilo)-N-(trietoxisililpropil)-uretano, 1-aminometiltriethoxisilano, 1-aminoetilmetildimetoxisilano, o mezclas de los mismos.
- 15 Un oligómero del compuesto metalorgánico puede seleccionarse de alquilalcoxioligómeros terminados en alcoxi de silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos. Por tanto, el oligómero del compuesto metalorgánico puede seleccionarse de aminosilsesquioxanos terminados en metoxilo, etoxilo o acetoxilo, aminosiloxanos, 3-aminopropil-metoxi-silano oligomérico, 3-aminopropil/propil-alcoxi-silanos, N-aminoetil-3-aminopropil-alcoxi-silanos o N-aminoetil-3-aminopropil/metil-alcoxi-silanos o mezclas de los mismos.
- 20 La cantidad total de compuesto metalorgánico puede ser del 0,05-0,6%, preferiblemente del 0,05-0,5%, más preferiblemente del 0,1-0,4%, y lo más preferiblemente del 0,2-0,3% en peso de la composición. Estas clases de compuestos metalorgánicos pueden obtenerse comercialmente de empresas, tales como Evonik Ind., Wacker Chemie AG, Dow Corning, etc.
- 25 El compuesto metalorgánico tiene un carácter alcalino y también puede incluir propiedades de acoplamiento, es decir un denominado agente de acoplamiento que se acoplará con la primera capa inorgánica del polvo basado en hierro. La sustancia debe neutralizar los ácido y subproductos ácidos en exceso de la primera capa. Si se usan agentes de acoplamiento del grupo de aminoalquilalcoxi-silanos, -titanatos, -aluminatos o -zirconatos, la sustancia se hidrolizará y se polimerizará parcialmente (se hidrolizarán algunos de los grupos alcoxi con la consiguiente formación de alcohol). También se cree que las propiedades de acoplamiento o reticulación de los compuestos metalorgánicos se acoplan al compuesto particulado metálico o semimetálico, lo que puede mejorar la estabilidad mecánica del componente compuesto compactado.
- 30
- 35 **Compuesto particulado metálico o semimetálico**
- El polvo basado en hierro magnético blando recubierto también puede contener al menos un compuesto particulado metálico o semimetálico. El compuesto particulado metálico o semimetálico debe ser blando, teniendo una dureza de Mohs menor de 3,5, y constituir partículas finas o coloides. El compuesto puede tener preferiblemente un tamaño de
- 40 partícula promedio inferior a 5 μm , preferiblemente inferior a 3 μm , y lo más preferiblemente inferior a 1 μm . El compuesto particulado metálico o semimetálico puede tener una pureza de más del 95%, preferiblemente de más del 98%, y lo más preferiblemente de más del 99% en peso. La dureza de Mohs del compuesto particulado metálico o semimetálico es preferiblemente de 3 o menos, más preferiblemente de 2,5 o menos. SiO_2 , Al_2O_3 , MgO y TiO_2 son
- 45 abrasivos y tienen una dureza de Mohs muy superior a 3,5 y no están dentro del alcance de la invención. Los compuestos abrasivos, incluso como partículas de tamaño nanométrico, provocan daños irreversibles al recubrimiento eléctricamente aislante proporcionando una escasa expulsión y peores propiedades magnéticas y/o mecánicas del componente tratado con calor.
- 50 El compuesto particulado metálico o semimetálico puede ser al menos uno seleccionado del grupo de: plomo, indio, bismuto, selenio, boro, molibdeno, manganeso, tungsteno, vanadio, antimonio, estaño, zinc, cerio.
- El compuesto particulado metálico o semimetálico puede ser un óxido, hidróxido, hidrato, carbonato, fosfato, fluorita, sulfuro, sulfato, sulfito, oxiclورو, o una mezcla de los mismos.
- 55 Según una realización preferida, el compuesto particulado metálico o semimetálico es bismuto, o más preferiblemente óxido de bismuto (III). El compuesto particulado metálico o semimetálico puede mezclarse con un segundo compuesto seleccionado de metales alcalinos o alcalinotérreos, en el que el compuesto pueden ser carbonatos, preferiblemente carbonatos de calcio, estroncio, bario, litio, potasio o sodio.
- 60 El compuesto o la mezcla de compuestos particulados metálicos o semimetálicos puede estar presente en una cantidad del 0,05-0,5%, preferiblemente del 0,1-0,4%, y lo más preferiblemente del 0,15-0,3% en peso de la composición.
- 65 El compuesto particulado metálico o semimetálico se adhiere a al menos una capa metalorgánica. En una realización de la invención, el compuesto particulado metálico o semimetálico se adhiere a la capa metalorgánica más externa.

La capa metalorgánica puede formarse mezclando el polvo mediante agitación con diferentes cantidades en primer lugar de un aminoalquil-alcoxi-silano básico (Dynasytan®Ameo) y después de eso con un oligómero de un aminoalquil/alquil-alcoxi-silano (Dynasytan ®1146), usando por ejemplo una relación 1:1, ambos producidos por Evonik Inc. La composición puede mezclarse además con diferentes cantidades de un polvo fino de óxido de bismuto (III) (>99% en peso; D₅₀ ~0,3 μm).

Esta buena densidad de flujo de saturación lograda por el material según la invención hace posible la disminución de tamaño de los componentes de inductor y mantener todavía buenas propiedades magnéticas.

Compactación y tratamiento con calor

Antes de la compactación, la composición basada en hierro recubierta puede mezclarse con un lubricante orgánico adecuado tal como una cera, un oligómero o un polímero, un derivado basado en ácido graso o combinaciones de los mismos. Ejemplos de lubricantes adecuados son EBS, es decir etilen-bis-estearamida, Kenolube® disponible de Höganäs AB, Suecia, estearatos de metal tales como estereato de zinc o ácidos grasos u otros derivados de los mismos. El lubricante puede añadirse en una cantidad del 0,05-1,5% de la mezcla total, preferiblemente de entre el 0,1-1,2% en peso.

La compactación puede llevarse a cabo a una presión de compactación de 400-1200 MPa a temperatura ambiente o temperaturas elevadas.

Después de la compactación, los componentes compactados se someten a tratamiento con calor a una temperatura de hasta 800°C, preferiblemente de entre 600-750°C. Ejemplos de atmósferas adecuadas para el tratamiento con calor son atmósfera inerte tal como atmósferas de nitrógeno o argón u oxidantes tales como aire.

El núcleo magnético de polvo de la presente invención se obtiene mediante conformación a presión de un polvo magnético basado en hierro cubierto con un nuevo recubrimiento eléctricamente aislante. El núcleo puede caracterizarse por bajas pérdidas totales en el intervalo de frecuencia de 2-100 kHz, normalmente de 5-100 kHz, de aproximadamente menos de 12 W/kg a una frecuencia de 20 kHz e inducción de 0,05 T. Además una resistividad, ρ, de más de 1000, preferiblemente de más de 2000 y lo más preferiblemente de más de 3000 μΩm, y una densidad de flujo magnético de saturación Bs superior a 1,1, preferiblemente superior a 1,2 y lo más preferiblemente superior a 1,3 T. Además, la coercitividad será inferior a 210 A/m, preferiblemente inferior a 200 A/m, lo más preferiblemente inferior a 190 A/m y la polarización de CC no menor del 50% a 4000 A/m.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se pretende que ilustren las realizaciones particulares y no deben interpretarse como una limitación del alcance de la invención.

Ejemplo 1

Se han usado dos tipos de polvo de hierro como partículas de núcleo; un polvo de hierro atomizado con agua pura que tiene un contenido de hierro superior al 99,5% en peso y un hierro esponjoso puro que tiene un contenido de hierro superior al 99,5% en peso. El tamaño medio de partícula de ambos tipos de polvo era de aproximadamente 45 μm. Se han mezclado las partículas de núcleo con Sendust molido (normalmente el 85% de Fe, el 9,5% de Si y el 5,5% de Al) y se trató luego la mezcla de polvo con una disolución que contenía fósforo según el documento WO2008/069749. En resumen, se preparó la disolución de recubrimiento disolviendo 30 ml de ácido fosfórico al 85% en peso en 1000 ml de acetona, y se usaron 40 ml - 60 ml de disolución de acetona por cada 1000 gramos de polvo. Después de mezclar la disolución de ácido fosfórico con el polvo de metal, se permite secar la mezcla.

Se mezcló además el polvo de mezcla de Sendust y hierro recubierto con fósforo seco obtenido, con caolín y silicato de sodio según la siguiente tabla 1. Después de secar a 120°C, se mezcló el polvo con Kenolube® al 0,6% y se compactó hasta 800 MPa dentro de anillos con un diámetro interior de 45 mm, un diámetro exterior de 55 mm y una altura de 5 mm. Después de eso, se sometieron los componentes compactados a un procedimiento de tratamiento con calor a 700°C en una atmósfera de nitrógeno durante 0,5 horas.

Se midieron las resistividades específicas de las muestras obtenidas mediante una medición de cuatro puntos. Para las mediciones de permeabilidad máxima, μ_{max}, y coercitividad se "cablearon" los anillos con 100 espiras para el circuito primario y 100 espiras para el circuito secundario, lo que permitió realizar mediciones de propiedades magnéticas con la ayuda de un histeresígrafo, Brockhaus MPG 100. Para pérdidas de núcleo se "alambraron" los anillos con 30 espiras para el circuito primario y 30 espiras para el circuito secundario con la ayuda del instrumento AMH-401 POD de Walker Scientific Inc.

Cuando se midió la permeabilidad incremental, se devanaron los anillos con un tercer devanado que suministraba

una corriente de polarización de CC de 4000 A/m. Se expresó la polarización de CC como porcentaje de permeabilidad incremental máxima.

A menos que se indique de otro modo, se realizaron todas las pruebas en los siguientes ejemplos en consecuencia.

5 Con el fin de mostrar el impacto de usar hierro esponjoso o atomizado junto con Sendust molido, el impacto de una capa de recubrimiento de fósforo y el impacto de la presencia de caolín y silicato de sodio en el segundo recubrimiento sobre las propiedades del componente compactado y tratado con calor, se prepararon las muestras A-H, según la tabla 1 que también muestra los resultados de las pruebas de los componentes. En la tabla 1, la invención también se ha comparado con el uso de hierro esponjoso sin una primera capa de recubrimiento de fósforo (muestra D) según el documento US4177089.

Tabla 1

Muestra	Aditivos en la mezcla de hierro-Sendust			Propiedades del componente				
	Recubrimiento de fósforo	% en peso de caolín	% en peso de silicato de sodio	Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]	Bs [T]
A 100% de hierro atomizado								
Comp. A	Sí	2%	0,4%	20000	97	222	13,5	1,98
B 100% de Sendust								
Comp. B	Sí	2%	0,4%	70000	55	70	5,0	0,88
C-E 50% de hierro esponjoso - 50% de Sendust								
Comp. C	Sí	-	-	4	140	249	67,8	1,42
Comp. D	No	2%	0,4%	41	87	209	44,0	1,32
Comp. E	Sí	2%	0,4%	468	76	202	9,8	1,33
F-H El 50% de hierro atomizado – el 50% de Sendust								
Comp. F	Sí	-	-	40	145	180	55,2	1,52
Comp. G	No	2%	0,4%	6013	79	149	9,2	1,35
Inv. H	Sí	2%	0,4%	77394	66	138	8,2	1,35

15 Tal como puede observarse a partir de la tabla 1, la combinación de hierro atomizado, Sendust, una capa de recubrimiento de fósforo primaria y una segunda capa de recubrimiento que consiste en caolín y silicato de sodio mejora considerablemente la resistividad y de ahí disminuye las pérdidas en núcleo. También proporciona una buena densidad de flujo de saturación en comparación con el 100% de Sendust

20 Ejemplo 2

25 Para ilustrar la posibilidad de dopar polvo de hierro atomizado recubierto con fósforo puro y caolín-silicato de sodio con Sendust solamente con la primera capa de recubrimiento de fósforo y mejorar considerablemente las propiedades magnéticas del componente compactado, se prepararon las siguientes muestras. La tabla 2 también muestra los resultados de las pruebas de los componentes.

Tabla 2

Muestra	Aditivos en Sendust			Propiedades del componente		
	Recubrimiento de fósforo	% en peso de caolín	% en peso de silicato de sodio	Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]
I-L El 50% de hierro atomizado recubierto con fósforo y caolín-silicato de sodio + el 50% de Sendust						
Comp. I	No	-	-	2531	169	9,5
Comp. J	No	2%	0,4%	4587	140	9,0
Inv. K	Sí	-	-	50354	137	8,7
Inv. L	Sí	2%	0,4%	77394	138	8,2

30 Tal como puede observarse a partir de la tabla 2, es beneficioso tener una primera capa de recubrimiento de fósforo sobre las partículas de Sendust.

35 Ejemplo 3

Es posible controlar las propiedades magnéticas del componente compactado y tratado con calor variando el contenido de Sendust en el polvo de hierro atomizado. Se han tratado todas de las siguientes muestras de la misma manera: una primera capa de recubrimiento de fósforo y una segunda capa de recubrimiento que consiste en el 2%

de caolín y el 0,4% de silicato de sodio, compactadas hasta 800 MPa y tratadas con calor a 700°C durante 0,5 h en una atmósfera de nitrógeno. La diferencia entre las muestras es que se ha variado el contenido de Sendust en el polvo de hierro atomizado. La tabla 3 también muestra los resultados de las pruebas de los componentes.

5 Tabla 3

Muestra	% en peso de Sendust	Propiedades del componente				
		Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]	Bs [T]
M-U Hierro atomizado + Sendust - diferentes composiciones, recubierto con fósforo y una segunda capa de recubrimiento con el 2% de caolín y el 0,4% de silicato de sodio						
Comp. M	-	20000	97	222	13,5	1,98
Inv. N	2,5%	24588	91	216	13,0	1,95
Inv. O	5%	52794	87	210	12,5	1,90
Inv. P	10%	51438	85	202	11,1	1,85
Inv. Q	20%	113513	79	179	10,6	1,63
Inv. R	30%	103656	75	167	9,8	1,52
Inv. S	40%	686475	67	153	9,4	1,42
Inv. U	60%	430569	61	125	7,7	1,22

Tal como puede observarse a partir de la tabla 3, incluso una pequeña cantidad de Sendust en el polvo de hierro atomizado mejora las propiedades magnéticas del componente compactado y tratado con calor.

10

Ejemplo 4

Este ejemplo muestra que el concepto de recubrimiento de fósforo-arcilla-silicato según la invención puede aplicarse a diferentes tamaños de partícula del polvo de hierro, el polvo de Sendust tiene un tamaño de partícula fijo de aproximadamente 45 μm . Para la muestra V) se ha usado un polvo de hierro que tiene un tamaño medio de partícula de $\sim 45 \mu m$, para la muestra W) se ha usado un polvo de hierro que tiene un tamaño medio de partícula de $\sim 100 \mu m$ y para la muestra X) se ha usado un polvo de hierro que tiene un tamaño medio de partícula de $\sim 210 \mu m$. Se recubrió la mezcla de polvo de hierro-Sendust con una primera capa que contenía fósforo. Después de eso, se trataron adicionalmente algunas muestras con el 1% de caolín y el 0,4% de silicato de sodio tal como se describió anteriormente. Se realizó un tratamiento con calor durante 0,5 h a 700°C en nitrógeno.

15

20

Resultados de las pruebas de las muestras V-X) según la tabla 4

Tabla 4

25

Muestra	Propiedades de la mezcla de polvo				Propiedades del componente		
	Tamaño medio de partícula [μm]	% en peso de caolín	% en peso de silicato de sodio	% en peso de Sendust	Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]
V-X Todas las muestras tienen una primera capa de recubrimiento que contiene fósforo							
Inv. V	45	1%	0,4%	40%	72850	134	7,5
Muestra Comp. V	45	1%	0,4%	-	15000	226	15,0
Inv. W	100	1%	0,4%	40%	88187	105	9,9
Muestra Comp. W	100	1%	0,4%	-	19000	177	25,2
Inv. X	210	1%	0,4%	40%	114479	83	11,1
Muestra Comp. X	210	1%	0,4%	-	35000	140	30,1

La tabla 4 muestra que, con independencia del tamaño de partícula del polvo de hierro, se obtienen claras mejoras de resistividad y pérdidas en núcleo para los componentes según la presente invención.

30 Ejemplo 5

El ejemplo 5 demuestra que es posible usar diferentes tipos de vidrio soluble y diferentes tipos de arcillas que contienen filosilicatos definidos. Se recubrieron las mezclas de polvo del 60% de hierro atomizado - el 40% de Sendust tal como se describió anteriormente con la excepción de que se usaron diversos silicatos (de Na, K y Li) y

diversas arcillas (caolín y talco) que contenían filosilicatos que tenían capas con electroneutralidad. En los ejemplos comparativos, se usaron arcillas que contenían filosilicatos que tenían una capa cargada eléctricamente, Veegum® y una mica. Veegum® es un nombre comercial de una arcilla del grupo de la esmectita. La mica usada fue la moscovita. La segunda capa contenía en todas las pruebas el 1% de arcilla y el 0,4% en peso de vidrio soluble. Se realizó un tratamiento con calor durante 0,5 h a 700°C en nitrógeno.

La siguiente tabla 5 muestra los resultados de las pruebas de los componentes.

Tabla 5

Muestra	Aditivos en la mezcla de hierro-Sendust			Propiedades del componente			
	Tipo de arcilla	Tipo de silicato	Razón molar del silicato	Resistividad [$\mu\Omega\cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]
Y-e El 60% de hierro atomizado + el 40% de Sendust - recubierto con fósforo con una segunda capa de recubrimiento que consiste en el 1% de arcilla y el 0,4% de silicato							
Inv. Y	Caolín	Na	2,5	72850	80	134	7,5
Inv. Z	Talco	Na	2,5	72321	94	131	7,4
Comp. a	Veegum®	Na	2,5	97	91	135	19,9
Comp. b	Mica	Na	2,5	389	106	138	15,4
Inv. C	Caolín	Na	3,37	72569	84	136	7,3
Inv. D	Caolín	K	2,5	84992	86	140	8,4
Inv. E	Caolín	Li	2,5	77403	85	147	8,2

Tal como resulta evidente a partir de la tabla 5, pueden usarse diversos tipos de vidrio soluble y arcillas que contienen filosilicatos definidos si el filosilicato es del tipo que tiene capas con electroneutralidad.

Ejemplo 6

El ejemplo 6 demuestra que variando las cantidades de arcilla y silicato alcalino en la segunda capa, pueden controlarse y optimizarse las propiedades del componente compactado y tratado con calor. Se prepararon las muestras y se sometieron a prueba tal como se describió anteriormente. Se realizó un tratamiento con calor durante 0,5 h a 700°C en nitrógeno.

La siguiente tabla 6 muestra los resultados de las pruebas

Tabla 6

Muestra	Aditivos en la mezcla de hierro-Sendust		Propiedades del componente		
	% en peso de caolín	% en peso de silicato de sodio	Resistividad [$\mu\Omega\cdot m$]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]
f-n El 60% de hierro atomizado + el 40% de Sendust, recubierto con fósforo					
Comp. f	-	0,4%	100	151	15,8
Inv. g	0,5%	0,4%	2956	155	10,2
Inv. h	1%	0,4%	172850	154	9,6
Inv. i	2%	0,4%	686475	153	9,4
Inv. j	3%	0,4%	732463	157	10,0
Inv. k	5%	0,4%	179478	164	11,6
Inv. l	2%	0,2%	136795	157	10,1
Inv. m	2%	0,6%	88309	156	10,1
Inv. n	2%	0,8%	3359	164	10,3

Tal como puede observarse a partir de la tabla 6, la resistividad disminuirá si el contenido de silicato de sodio en la segunda capa supera el 0,7% en peso. La resistividad también disminuirá si se disminuye el contenido de silicato de sodio, por tanto el contenido de silicato debe estar entre el 0,2-0,7% en peso, preferiblemente entre el 0,3-0,6% en peso de la mezcla total de polvo del 60% de hierro atomizado – el 40% de Sendust. Un aumento adicional del contenido de arcilla en la segunda capa hasta aproximadamente el 4% aumentará la resistividad pero disminuirá la pérdida en núcleo debido a un aumento de la coercitividad. Por tanto, el límite superior de arcilla en la segunda capa es del 5%, preferiblemente del 4%, en peso del polvo compuesto basado en hierro. El límite inferior para el contenido de arcilla es del 1%, preferiblemente del 3%, ya que un contenido de arcilla demasiado bajo tendrá una influencia perjudicial sobre la resistividad y la pérdida en núcleo.

Ejemplo 7

5 El siguiente ejemplo 7 demuestra que puede compactarse el polvo producido según la invención a diferentes presiones de compactación y a diferentes temperaturas de matriz de compactación. Se han tratado las muestras a continuación tal como se describió anteriormente, el 60% de hierro atomizado y el 40% de Sendust se ha recubierto con fósforo y arcilla-silicato de sodio, el contenido de caolín en la segunda capa era del 2% y el contenido de silicato de sodio era del 0,4% en peso del polvo compuesto de hierro-Sendust.

10 Se compactaron las muestras o-v) hasta entre 400 – 1200 MPa, o bien a 20°C o bien a 60°C de temperatura de matriz de compactación y se trataron con calor durante 0,5 h a 700°C en nitrógeno. Resultados de las pruebas según la tabla 7;

Tabla 7

15

Muestra	Propiedades de compactación		Propiedades del componente					
	Presión de compactación [MPa]	Temperatura de matriz de compactación [°C]	Densidad [g/cc]	Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]	Bs [T]
o-v El 60% de hierro atomizado + el 40% de Sendust - recubierto con fósforo con una segunda capa de recubrimiento que consiste en el 2% de caolín y el 0,4% de silicato de sodio								
Inv. o	400	20	5,86	25441	56	167	10,0	1,30
Inv. p	600	20	6,15	52357	65	166	9,3	1,36
Inv. q	800	20	6,27	686475	67	153	9,4	1,42
Inv. r	1000	20	6,41	773125	79	166	8,6	1,41
Inv. s	1000	60	6,42	720625	86	156	8,3	1,42
Inv. t	1100	20	6,43	796750	83	165	8,4	1,43
Inv. u	1100	60	6,45	101250	86	166	8,3	1,44
Inv. v	1200	60	6,50	96875	90	162	8,1	1,44

20 La tabla 7 muestra que se obtienen alta resistividad y bajas pérdidas en núcleo para los componentes, según la invención, compactados a diferentes presiones de compactación y compactados a diferentes temperaturas de matriz de compactación. Puede observarse un aumento de la densidad y una disminución de las pérdidas cuando se aumenta la presión de compactación desde 400 hasta 800 MPa, sin embargo un aumento adicional de la presión de compactación proporciona sólo un pequeño efecto. La temperatura de matriz de compactación sólo aumenta la resistividad ligeramente y no proporciona ninguna mejora adicional de las propiedades magnéticas.

Ejemplo 8

25

30 El siguiente ejemplo 8 ilustra que pueden tratarse con calor los componentes producidos a partir de polvo según la invención en diferentes atmósferas y diferentes temperaturas. Se han tratado las muestras a continuación tal como se describió anteriormente, el 60% de hierro atomizado y el 40% de Sendust se ha recubierto con fósforo-silicato de sodio y arcilla-silicato de sodio, el contenido de caolín en la segunda capa era del 2% y el contenido de silicato de sodio era del 0,4% en peso del polvo compuesto de hierro-Sendust.

Se trataron con calor las muestras w-Dd) a entre 550 - 750°C en nitrógeno y aire, respectivamente. Resultados de las pruebas según la tabla 8;

35

Tabla 8

Muestra	Parámetros de tratamiento con calor		Propiedades del componente			
	Temperatura de tratamiento con calor [°C]	Atmósfera de tratamiento con calor	Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]
w-Dd El 60% de hierro atomizado + el 40% de Sendust - recubierto con fósforo con una segunda capa de recubrimiento que consiste en el 2% de caolín y el 0,4% de silicato de sodio						
Comp. w	550°C	Nitrógeno	190574	54	283	22,8
Comp. x	600°C	Nitrógeno	184382	61	228	16,6
Inv. y	650°C	Nitrógeno	178613	69	183	12,1

Inv. z	700°C	Nitrógeno	686475	67	153	9,4
Inv. Aa	750°C	Nitrógeno	566356	70	150	8,9
Inv. Bb	700°C	El 90% de nitrógeno + el 10% de aire	561917	69	165	9,2
Inv. Cc	700°C	El 50% de nitrógeno + el 50% de aire	429138	66	250	10,5
Comp. Dd	700°C	Aire	17400	64	303	12,1

La tabla 8 muestra que se obtienen alta resistividad y bajas pérdidas en núcleo para los componentes según la invención tratados con calor a entre 650°C - 750°C en atmósfera de nitrógeno o en un atmósfera mixta con nitrógeno y aire.

5

Ejemplo 9

El siguiente ejemplo 9 ilustra que es posible potenciar las propiedades magnéticas de componentes producidos a partir de polvo según la invención añadiendo FeSi atomizado con gas a la mezcla. Las mezclas de polvo de hierro-Sendust tienen una primera capa de recubrimiento de fósforo y una segunda capa que consiste en el 2% de caolín y el 0,4% de silicato de sodio. Se han compactado las mezclas de polvo hasta 800 MPa y se han tratado con calor a 700°C, durante 30 minutos en una atmósfera de nitrógeno.

10

Tabla 9

15

Muestra	Composición de la mezcla		Propiedades del componente			
	% en peso de Sendust	% en peso de FeSi atomizado con gas	Resistividad [$\mu\Omega \cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]
Ee-Gg Polvo de hierro atomizado – las mezclas de polvo tienen un recubrimiento de fósforo y una segunda capa de recubrimiento que consiste en el 2% de caolín y el 0,4% de silicato de sodio						
Inv. Ee	30%	-	103656	75	167	9,8
Inv. Ff	40%	-	686475	67	153	9,4
Inv. Gg	30%	10%	704380	55	149	8,7

Tal como puede observarse en la tabla 9, una adición del 10% de FeSi en la mezcla de Sendust-hierro recubierto con fósforo y caolín-silicato de sodio aumenta la resistividad y disminuye la coercitividad y las pérdidas en núcleo.

Ejemplo 10

Se ha usado como partículas de núcleo un polvo de hierro atomizado con agua pura que tenía un contenido de hierro superior al 99,5% en peso. El tamaño medio de partícula del polvo era aproximadamente de 45 μm . Se habían mezclado las partículas de núcleo con Sendust (normalmente el 85% de Fe, el 9% de Si y el 6% de Al) y se trató la mezcla de polvo con una disolución que contenía fósforo según el documento WO2008/069749. Se trató adicionalmente la mezcla de Sendust-polvo de hierro recubierto con fósforo seca obtenida con una segunda capa de recubrimiento (metalorgánica) tal como se describe en el documento WO2009/116938, concretamente mezclando el polvo mediante agitación con diferentes cantidades en primer lugar de un aminoalquil-alcoxilsilano básico (Dynasytan@Ameo) y después de eso con un oligómero de aminoalquil/alquil-alcoxilosilano (Dynasytan@1146), usando una relación 1:1, ambos producidos por Evonik Inc. Se mezcló adicionalmente la composición con diferentes cantidades de un polvo fino de óxido de bismuto (III) (>99% en peso; $D_{50} \sim 0,3 \mu m$).

25

30

35

Después del recubrimiento, se mezcló el polvo con el 0,4% de cera de amida y se compactó hasta 800 MPa dentro de anillos con un diámetro interior de 45 mm, un diámetro exterior de 55 mm y una altura de 5 mm. Después de eso, se sometieron los componentes compactados a un procedimiento de tratamiento con calor a 700°C en una atmósfera de nitrógeno durante 0,5 horas.

A menos que se indique de otro modo, se realizaron todas las pruebas en los siguientes ejemplos en consecuencia.

40

Se prepararon las muestras Hh-li) según la tabla 10 que también muestra los resultados de las pruebas de los componentes.

Tabla 10

Muestra	Aditivos en la mezcla de hierro-Sendust		Temperatura de tratamiento con calor	Propiedades del componente				
	Recubrimiento de fósforo	Capa metalorgánica		Resistividad [$\mu\Omega\cdot m$]	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]	Polarización de CC [%]
Hh El 100% de hierro atomizado								
Comp. Hh	Sí	Sí	650°C	19923	226	195	10,0	40
li El 60% de hierro atomizado + el 40% de Sendust								
Inv. li	Sí	Sí	700°C	125000	113	151	6,7	60

5 Tal como puede observarse a partir de la tabla 10, la combinación de hierro atomizado, Sendust, una capa primaria de recubrimiento de fósforo y una segunda capa de recubrimiento (metalorgánica) mejoran considerablemente la resistividad, la polarización de CC y disminuye las pérdidas en núcleo y la coercitividad en comparación con el uso del 100% de polvo de hierro atomizado

10 Ejemplo 11

Es posible controlar las propiedades magnéticas del componente compactado y tratado con calor variando el contenido de Sendust en el polvo de hierro atomizado. Se han tratado todas las siguientes muestras de la misma manera: una primera capa de recubrimiento de fósforo y una segunda capa de recubrimiento (metalorgánica). La diferencia entre las muestras es que se ha variado el contenido de Sendust en el polvo de hierro atomizado. Se han compactado todas las muestras hasta 800 MPa y se han tratado con calor durante 0,5 h a 700°C en una atmósfera de nitrógeno. La tabla 11 también muestra los resultados de las pruebas de los componentes.

Tabla 11

Muestra	Composición		Propiedades del componente				
	% en peso de Sendust	% en peso de hierro	μ_{max} [-]	Coercitividad [A/m]	Pérdida en núcleo a 0,05 T 20 kHz [W/kg]	Polarización de CC [%]	Bs [T]
Hierro atomizado + Sendust – diferentes composiciones, recubierto con fósforo con una segunda capa de recubrimiento metalorgánica							
Comp. Jj	-	100%	226	195	10	40	1,99
Inv. Kk	20%	80%	135	176	6,9	51	1,72
Inv. Ll	30%	70%	123	164	6,8	55	1,61
Inv. Mm	40%	60%	113	151	6,7	60	1,48
Inv. Nn	50%	50%	104	139	6,6	63	1,35

20 En cuanto a la mezcla de polvo de Sendust y de hierro atomizado recubierto con arcilla/silicato de sodio, una mayor proporción de Sendust mejora considerablemente la resistividad y la polarización de CC y de ahí disminuye las pérdidas en núcleo y la coercitividad.

25

REIVINDICACIONES

1. Composición de polvo compuesto basado en hierro que comprende partículas de núcleo, en la que las partículas de núcleo son una mezcla de
- 5 (a) partículas de aleación de hierro que consisten esencialmente en del 7% al 13% en peso de silicio, del 4% al 7% en peso de aluminio, siendo el resto hierro, y
(b) partículas de hierro atomizadas,
- 10 en la que dichas partículas de núcleo se recubren con una primera capa que contiene fósforo, y en la que las partículas de hierro atomizadas tienen una segunda capa que comprende;
- 15 (i) un silicato alcalino combinado con un mineral de arcilla que contiene un filosilicato, siendo la capa tetraédrica de silicio-oxígeno y las capas octaédricas de hidróxido combinadas del mismo eléctricamente neutras, o;
(ii) una capa metalorgánica.
2. Polvo compuesto basado en hierro según la reivindicación 1, en el que las partículas de aleación de hierro tienen una segunda capa que comprende;
- 20 a) un silicato alcalino combinado con un mineral de arcilla que contiene un filosilicato, siendo la capa tetraédrica de silicio-oxígeno y las capas octaédricas de hidróxido combinadas del mismo eléctricamente neutras, o;
b) una capa metalorgánica.
- 25 3. Polvo compuesto basado en hierro según la reivindicación 2, en el que las partículas de aleación de hierro y las partículas de hierro atomizadas tienen la misma segunda capa.
- 30 4. Composición de polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que la segunda capa comprende caolín y silicato de sodio.
5. Composición de polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, que comprende además FeSi atomizado.
- 35 6. Composición de polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la capa que contiene fósforo tiene un grosor de entre 20 y 300 nm.
7. Polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que se proporciona el recubrimiento de fósforo poniendo en contacto las partículas de núcleo con un compuesto de fósforo en un disolvente y eliminando después de eso el disolvente mediante secado.
- 40 8. Polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el compuesto de fósforo es ácido fosfórico o fosfato de amonio.
- 45 9. Polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, 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 basado en hierro.
- 50 10. Polvo compuesto basado en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, 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 basado en hierro.
11. Método para producir un componente compactado y tratado con calor, que comprende las etapas de:
- 55 a) proporcionar un polvo compuesto basado en hierro según cualquiera de las reivindicaciones 1-10,
b) compactar el polvo compuesto basado en hierro, opcionalmente mezclado con un lubricante, en un movimiento de prensado uniaxial, en una matriz, a una presión de compactación de entre 400 y 1200 MPa
60 c) expulsar el componente compactado de la matriz.
d) tratar con calor el componente expulsado en una atmósfera no reductora a una temperatura de hasta 800°C.