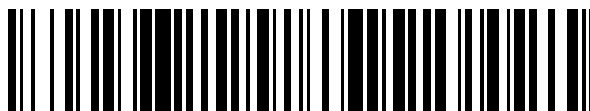


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 724 330**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00 (2006.01)

C10M 171/06 (2006.01)

B22F 3/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.09.2014** **PCT/CA2014/050861**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.03.2015** **WO15035515**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.09.2014** **E 14844234 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.02.2019** **EP 3043935**

54 Título: **Lubricante para metalurgia de polvos y composiciones de polvo metálico que contienen dicho lubricante**

30 Prioridad:

12.09.2013 US 201361877086 P

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

10.09.2019

73 Titular/es:

**NATIONAL RESEARCH COUNCIL OF CANADA
(100.0%)
1200 Montreal Road
Ottawa, Ontario K1A 0R6, CA**

72 Inventor/es:

**THOMAS, YANNIG;
PARIS, VINCENT y
ST-LAURENT, SYLVAIN**

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 724 330 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

Lubricante para metalurgia de polvos y composiciones de polvo metálico que contienen dicho lubricante

5 SECTOR TÉCNICO DE LA INVENCION

El sector técnico se refiere a una composición de polvo metálico que incluye un lubricante. Más en particular, se refiere a un lubricante de material compuesto en partículas para la metalurgia de polvos y a un procedimiento para la producción de una composición en polvo para metalurgia de polvos, que incluye el lubricante de material compuesto en partículas.

ANTECEDENTES

En la industria de la metalurgia de polvos (industria PM), se utilizan polvos metálicos, tales como polvos basados en hierro, para la producción de componentes. Más en particular, las composiciones de polvo metálico se compactan en una matriz a alta presión en comprimidos crudos, a continuación los comprimidos crudos son expulsados de la matriz y se sinterizan en comprimidos sinterizados. Esta tecnología de forma cercana a una red permite la producción de piezas a un coste menor que otros procedimientos convencionales, tales como el mecanizado.

La composición de polvo metálico comprende una mezcla de polvo metálico, lubricante y, de manera opcional, otros aditivos. Los lubricantes de la metalurgia de polvos son, en general, diferentes tipos de ceras, que están molidos o atomizados en partículas finas, y se mezclan con polvos metálicos, tales como polvos de hierro y de acero. El lubricante reduce la fricción entre partículas y la fricción con la pared de la matriz durante la compactación y, por lo tanto, mejora la densificación, pero también reduce la fricción con la pared de la matriz durante la expulsión de la pieza de la matriz. Además, se selecciona el lubricante para promover que la composición de polvo metálico fluya de forma adecuada dentro de la cavidad de la matriz y también que sea lo suficientemente maleable para no obstaculizar el procedimiento de compactación. Existe una fuerte relación entre las propiedades mecánicas y la densidad final de las piezas. En consecuencia, los lubricantes que permiten que se alcancen mayores densidades tienen un valor adicional. Los lubricantes utilizados habitualmente para las aplicaciones en MP comprenden estearatos metálicos y ceras de amida, tales como cera de etilen bisestearamida. Aunque son excelentes lubricantes, los estearatos metálicos pueden manchar las piezas durante la sinterización y causar contaminación por metales pesados a través de los gases de escape del horno de sinterización.

La solicitud de patente de Estados Unidos No. 2006/099104 de McCall y otros da a conocer un lubricante en partículas que incluye partículas discretas de una monoamida grasa, en especial oleamida, y partículas discretas, como mínimo, de otro lubricante de metalurgia de polvos y, en una realización, una bisamida grasa. En otra realización, el otro lubricante de metalurgia de polvos es un estearato metálico. En combinación, las partículas discretas de monoamida grasa y el, como mínimo, otro lubricante de metalurgia de polvos proporcionan una composición de flujo libre sinérgica.

40 RESUMEN BREVE DE LA INVENCION

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es resolver los problemas mencionados anteriormente

Según la presente invención, se da a conocer un lubricante de material compuesto en partículas para la metalurgia de polvos. El lubricante de material compuesto en partículas comprende: primeras partículas discretas que comprenden una cera de monoamida primaria grasa, estando sustancialmente libre de cera de bisamida grasa y estando recubierta, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de óxido metálico, teniendo dichas primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, un tamaño promedio de partícula entre 15 μm y 100 μm , y segundas partículas discretas libres de estearato metálico que comprenden una cera de bisamida grasa y que tienen un tamaño promedio de partícula menor que 50 μm .

En una realización, las primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, tienen un tamaño promedio de partícula entre 25 μm y 75 μm .

En una realización, un D99 de las primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, está entre 80 μm y 220 μm .

En una realización, un D99 de las primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, está entre 115 μm y 180 μm .

En una realización, las segundas partículas discretas tienen un tamaño promedio de partícula menor que 15 μm .

En una realización, un D99 de las segundas partículas discretas es menor que 200 μm .

En una realización, un D99 de las segundas partículas discretas es menor que 150 μm .

En una realización, las primeras partículas discretas comprenden, como mínimo, el 90% en peso de la cera de monoamida primaria grasa.

5 En una realización, el lubricante de material compuesto en partículas comprende entre el 10% en peso y el 60% en peso de las primeras partículas discretas.

10 En una realización, el lubricante de material compuesto en partículas comprende entre el 40% en peso y el 90% en peso de las segundas partículas discretas.

En una realización, las primeras partículas discretas consisten esencialmente en la cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con las nanopartículas de óxido metálico.

15 En una realización, las primeras partículas discretas consisten en la cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con las nanopartículas de óxido metálico.

20 En una realización, las segundas partículas discretas comprenden, además, como mínimo, el 50% en peso de la cera de bisamida grasa y menos del 10% en peso de una cera de monoamida primaria grasa.

En una realización, las segundas partículas discretas comprenden, además, como mínimo, el 90% en peso de la cera de bisamida grasa.

25 En una realización, las segundas partículas discretas consisten esencialmente en la cera de bisamida grasa.

En una realización, las segundas partículas discretas están sustancialmente libres de metal.

30 En una realización, la cera de monoamida primaria grasa es una monoamida de un ácido graso de 12 a 24 carbonos. La monoamida se puede seleccionar del grupo que consiste en: lauramida, palmitamida, estearamida, araquidamida, behenamida, oleamida, erucamida y combinaciones de las mismas.

En una realización, las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas, como mínimo, de uno de óxidos de hierro, TiO_2 , Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , CeO_2 y óxido de indio y titanio, y combinaciones de los mismos.

35 En una realización, las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas de sílice ahumada.

En una realización, las primeras partículas discretas comprenden menos del 5% en peso de nanopartículas de óxido metálico.

40 En una realización, las primeras partículas discretas son más pequeñas que 250 μm .

En una realización, la cera de bisamida grasa es una bisamida de ácido graso seleccionada del grupo que consiste en: metilen bisoleamida, metilen bisestearamida, etilen bisoleamida, hexilen bisestearamida y etilen bisestearamida (EBS) y mezclas de las mismas.

45 En una realización, las segundas partículas discretas tienen un tamaño promedio de partícula menor que 50 μm .

50 En una realización particular, las primeras partículas discretas comprenden partículas de erucamida y las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas de sílice ahumada y las segundas partículas discretas comprenden partículas de etilen bisestearamida. El lubricante de material compuesto particular puede comprender entre el 10% en peso y el 60% en peso de las partículas de erucamida y entre el 40% en peso y el 90% en peso de las partículas de etilen bisestearamida. Las partículas de erucamida pueden tener un tamaño promedio de partícula de 60 μm y un diámetro menor que 175 μm .

55 Según un aspecto general adicional, se da a conocer una composición de polvos metalúrgicos que comprende un polvo basado en metal mezclado con el lubricante de material compuesto en partículas, tal como se ha descrito anteriormente, en una concentración que varía entre el 0,1% en peso y el 5% en peso. En una realización, el polvo basado en metal es un polvo basado en hierro.

60 Según un aspecto general adicional, se da a conocer un procedimiento para producir una composición de polvo para metalurgia de polvos. El procedimiento comprende: añadir el lubricante de material compuesto en partículas, tal como se ha descrito anteriormente, en una concentración que varía entre el 0,1% en peso y el 5% en peso, basándose en el peso total de la composición de polvo, a un polvo basado en metal. En una realización, el polvo basado en metal es un polvo basado en hierro.

65 En la presente memoria descriptiva, una sustancia es una cera si es amasable a aproximadamente 20°C, es de

sólida a frágil, tiene una estructura de gruesa a microcristalina, es de translúcida a opaca, no es vidriosa, se funde por encima de 40°C sin descomponerse, es ligeramente líquida (menos viscosa) justo por encima del punto de fusión, tiene una consistencia y solubilidad fuertemente dependientes de la temperatura y es pulible con una ligera presión.

5 En la presente memoria descriptiva, el término "de material compuesto" pretende significar una combinación, como mínimo, de dos componentes. Los componentes pueden fundirse o aglomerarse o se disponen como partículas discretas distintas.

10 DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es una micrografía de SEM de partículas de cera de erucamida que tienen un D99 de 175 µm y un tamaño promedio de partícula de 63 µm, recubiertas con el 0,5% en peso de sílice ahumada;

15 la figura 2 es una micrografía de SEM de partículas de cera de etilen bisestearamida (EBS) que tienen un D99 de 80 µm y un tamaño promedio de partícula de 22 µm;

la figura 3 es un gráfico que muestra la densidad cruda en función de la presión de compactación para tres lubricantes del ejemplo A;

20 la figura 4 es un gráfico que muestra la presión de extracción en función de la presión de compactación para tres lubricantes del ejemplo A;

25 la figura 5 es un gráfico que muestra la presión de deslizamiento en función de la presión de compactación para tres lubricantes del ejemplo A;

la figura 6 es un gráfico que muestra la presión de deslizamiento fuera de la matriz en función de la presión de compactación para tres lubricantes del ejemplo A;

30 la figura 7 es un gráfico que muestra el caudal Hall durante 30 minutos y 24 horas de mezcla seguido de 24 horas del resto de dos lubricantes del ejemplo B; y

la figura 8 es un gráfico que muestra la densidad aparente Hall durante 30 minutos y 24 horas de la mezcla seguido de 24 horas del resto para los dos lubricantes de ejemplo B.

35 DESCRIPCIÓN DETALLADA

En referencia a los dibujos que se acompañan, se describirá un lubricante de material compuesto en partículas para una composición de polvo metálico, tal como, y sin limitación a la misma, una composición de polvo basado en hierro. El lubricante de material compuesto puede actuar como un ayudante de compactación y/o un ayudante de compresión para la composición de polvo metálico. El lubricante de material compuesto se basa en ceras de ácidos grasos.

45 En una realización, el lubricante de material compuesto en partículas comprende una combinación de primeras partículas discretas, que incluyen una cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de óxido metálico y segundas partículas discretas, que incluyen una cera de bisamida grasa. Las segundas partículas discretas están libres de estearato metálico y, en una realización, libre de partículas metálicas.

50 En una realización, las primeras partículas discretas comprenden como mínimo, aproximadamente el 90% en peso de la cera de monoamida primaria grasa. Se entiende que las primeras partículas discretas pueden comprender más de una cera de monoamida primaria grasa, es decir, una combinación de ceras de monoamida primaria grasa. Están sustancialmente libres de cera de bisamida grasa.

55 En una realización, las segundas partículas discretas pueden incluir otro componente distinto de la cera de bisamida grasa. Por ejemplo, pueden comprender una cantidad relativamente pequeña de una cera de monoamida primaria grasa. En una realización, las segundas partículas discretas comprenden, como mínimo, aproximadamente el 50% en peso de la cera de bisamida grasa y menos de aproximadamente el 10% en peso de una cera de monoamida primaria grasa. En otra realización, las segundas partículas discretas pueden comprender, como mínimo, aproximadamente el 90% en peso de la cera de bisamida grasa y, por ejemplo, menos de aproximadamente el 1% en peso de cera de monoamida primaria grasa. Se entiende que las segundas partículas discretas pueden comprender más de una cera de bisamida grasa, es decir, una combinación de ceras de bisamida grasa.

65 En una realización, el lubricante de material compuesto en partículas comprende entre aproximadamente el 10% en peso y aproximadamente el 60% en peso de las primeras partículas discretas, que incluyen la cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con las nanopartículas de óxido metálico y, en otra realización, entre aproximadamente el 25% en peso y aproximadamente el 45% en peso de las primeras partículas

discretas. En una realización, el lubricante de material compuesto en partículas comprende entre aproximadamente el 40% en peso y aproximadamente el 90% en peso de las segundas partículas discretas, que incluyen la cera de bisamida grasa y, en otra realización, entre aproximadamente el 55% en peso y aproximadamente el 75% en peso de las segundas partículas discretas.

5 En una realización, la cera de monoamida primaria grasa es una monoamida de un ácido graso, saturado o insaturado, de 12 a 24 átomos de carbono, que se puede seleccionar del grupo que comprende: lauramida, palmitamida, estearamida, oleamida, araquidamida, behenamida, erucamida y combinaciones de las mismas.

10 Las ceras de monoamida primaria grasa son moléculas hidrófilas, debido a la polaridad de su función amida. De este modo, las partículas de cera de monoamida primaria grasa sustancialmente puras tienden a aglomerarse con el tiempo, en especial si están expuestas a ambientes de humedad más elevada. Cuando las partículas de cera de monoamida primaria grasa se mezclan con polvo metálico, la exposición de la mezcla de polvos a niveles relativamente altos de humedad provocará que se deteriore el caudal de la mezcla de polvo.

15 A efectos de contrarrestar la naturaleza hidrófila de la cera de monoamida primaria grasa, se puede aplicar un recubrimiento de nanopartículas de óxido metálico, tal como, y sin limitación a la misma, sílice ahumada, sobre las partículas basadas en cera de monoamida primaria grasa. Este recubrimiento asegurará un caudal adecuado de la mezcla de polvos. A efectos de que las nanopartículas de óxidos metálicos protejan la cera de monoamida primaria grasa contra la humedad, debe recubrirse superficialmente, es decir, adherirse sobre la superficie. La mezcla de nanopartículas de óxidos metálicos a las mezclas de polvo metálico, como se realiza a menudo para aumentar sus propiedades de fluidez, no ofrecerá ninguna protección contra la exposición a ambientes húmedos. Dichas mezclas tienden a no mostrar ningún flujo en un embudo de Hall.

25 Las primeras partículas discretas están recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas, como mínimo, de un óxido metálico. Las nanopartículas de óxido metálico recubren, como mínimo, parcialmente, una superficie exterior de las partículas basadas en cera de monoamida primaria grasa. Las nanopartículas de óxido metálico pueden ser nanopartículas de óxidos de hierro, TiO_2 , Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , CeO_2 y óxido de indio y titanio, o combinaciones de los mismos. En una realización, las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas de sílice ahumada. Las nanopartículas son más pequeñas que aproximadamente 200 nm. En una realización, son más pequeñas que aproximadamente 100 nm. En una realización, el tamaño de partícula primaria está entre aproximadamente 5 y 50 nm. En una realización, el recubrimiento de nanopartículas de óxido metálico representa menos de aproximadamente el 5% en peso del peso de las partículas discretas primarias y, en otra realización, menos de aproximadamente el 2% en peso.

35 Las partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, de la cera de monoamida primaria grasa se caracterizan por un diámetro menor que aproximadamente 250 μm , y tienen un tamaño promedio de partícula de entre 15 μm y 100 μm y, en otra realización, entre aproximadamente 25 μm y aproximadamente 75 μm . En una realización, se caracterizan por un D99 entre aproximadamente 80 μm y aproximadamente 220 μm , es decir el 99% de las partículas son más pequeñas que el D99, y, en otra realización, entre aproximadamente 115 μm y aproximadamente 180 μm .

45 En una realización, la cera de bisamida grasa es una bisamida de ácido graso que se puede seleccionar del grupo que consiste de metilen bisoleamida, metilen bisestearamida, etilen bisoleamida, hexilen bisestearamida y etilen bisestearamida (EBS) y mezclas de las mismas.

En una realización, las segundas partículas discretas se caracterizan por un tamaño promedio de partícula menor que 50 μm y, en otra realización, menor que aproximadamente 15 μm . En una realización, se caracterizan por un D99 menor que aproximadamente 200 μm y, en otra realización, menor que aproximadamente 150 μm .

50 En una implementación, el lubricante de material compuesto comprende partículas discretas de erucamida, como cera de monoamida primaria grasa, recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de sílice ahumada, como óxido metálico, mezcladas con partículas discretas de etilen bisestearamida (EBS), como cera de bisamida grasa. La erucamida es una cera de monoamida primaria grasa y, más en particular, una cera basada en de ácido graso monoinsaturado (C22:1) y EBS es una cera de bisamida grasa. En una realización, el lubricante de material compuesto comprende entre aproximadamente el 10% en peso y aproximadamente el 60% en peso de las partículas de erucamida recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de sílice ahumada. En una realización, el lubricante de material compuesto comprende entre aproximadamente el 40% en peso y aproximadamente el 90% en peso de EBS.

60 En una implementación, las partículas de erucamida son sustancialmente esféricas y tienen un diámetro mayor que las partículas utilizadas habitualmente como lubricante en la metalurgia de polvos. Más en particular, se caracterizan por un tamaño promedio de partícula de aproximadamente 60 micrómetros (μm) y su diámetro es menor que aproximadamente 175 μm . Por ejemplo, las partículas del lubricante Acrawax® C, que es un lubricante utilizado habitualmente en metalurgia de polvos, se caracterizan por un tamaño promedio de partícula de aproximadamente 5

a 7 micrómetros (μm) y su diámetro es menor que aproximadamente 25 μm . Acrawax® C es una cera de amida y, más en particular, una N, N'-etilen bisestearamida.

La figura 1 es una micrografía de SEM de partículas de cera de erucamida que tienen un D99 de 175 μm recubiertas con el 0,5% en peso de sílice ahumada que se pueden mezclar con partículas de cera de EBS para obtener el lubricante de material compuesto. La figura 2 es una micrografía de SEM de partículas de cera de EBS que tienen un D99 de 80 μm que se pueden combinar con las partículas mostradas en la figura 1.

En una realización, para la fabricación de las partículas discretas de cera de monoamida primaria grasa, recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de óxido metálico, las partículas de lubricante se pueden preparar mediante la fusión de la cera de amida primaria grasa, seguido de una etapa de disgregación, que dan lugar a partículas discretas, que, continuación, se recubren, como mínimo, parcialmente, con las nanopartículas de óxido metálico. La disgregación puede realizarse mediante la atomización de la masa fundida por un medio gaseoso o líquido o mediante una combinación de enfriamiento de la masa fundida hasta que solidifica y molienda de la mezcla solidificada en partículas discretas. Las primeras partículas discretas de la cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de óxido metálico se combinan, a continuación, con las segundas partículas discretas de cera de bisamida grasa en proporciones predeterminadas.

En algunas implementaciones, el lubricante de material compuesto, que incluye primeras partículas discretas de cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de óxido metálico combinadas con las segundas partículas discretas de cera de bisamida grasa, mejoró el comportamiento de expulsión mediante la reducción de las fuerzas de expulsión, mejoró las propiedades de fluidez y mostró una resistencia adecuada a la humedad, en comparación con los lubricantes tradicionales de la metalurgia de polvos.

El lubricante de material compuesto en partículas descrito anteriormente se puede mezclar con un polvo basado en metal, tal como, y sin limitación al mismo, un polvo basado en hierro, para obtener una composición metalúrgica de polvos. En una realización, el lubricante se puede añadir en una concentración que varía entre aproximadamente el 0,1% en peso y aproximadamente el 5% en peso de la composición metalúrgica de polvos. En una realización, la concentración es inferior a aproximadamente el 2% en peso y, en otra realización, está entre aproximadamente el 0,2% en peso y aproximadamente el 1% en peso de la composición metalúrgica de polvos. El polvo metálico puede ser una mezcla de polvos metálicos que incluyen varios tipos de polvo metálico mezclados o que incluyen solamente un tipo de polvo metálico. Los polvos metálicos pueden ser polvos metálicos basados en hierro adecuados, por ejemplo, para piezas de densidad de un intervalo medio (por ejemplo, entre 6,8 y 7,4 gramos por centímetro cúbico (g/cm^3)). La composición metalúrgica de polvos que incluye el polvo metálico y el lubricante de material compuesto se utiliza para la fabricación de piezas compactadas mediante la metalurgia de polvos. El lubricante de material compuesto se añade habitualmente a la mezcla de polvos muy al final del procedimiento de fabricación. La composición metalúrgica de polvos puede incluir, además, aglutinantes, ayudantes del procesamiento, fases duras, agentes potenciadores de la maquinabilidad y similares.

Se entenderá que los procedimientos descritos en la presente memoria descriptiva pueden llevarse a cabo en el orden descrito o en cualquier otro orden adecuado.

Se ha descubierto que, en algunas implementaciones, la adición de cera de éster de ácido Montan a la cera de amida grasa mejora la fluidez y la densidad aparente de las composiciones metalúrgicas de polvos que contienen a la misma.

Ejemplo A

Se describirá una primera realización del lubricante de material compuesto en partículas de la presente invención. El lubricante de material compuesto comprende una mezcla de partículas discretas de cera de monoamida grasa recubiertas, parcialmente, con nanopartículas de sílice ahumada y partículas discretas de cera de bisamida grasa. Más en particular, se incluye una mezcla de erucamida, como cera de monoamida grasa, y etilen bisestearamida como cera de bisamida grasa. En el lubricante de material compuesto, la concentración de cera de monoamida grasa varía entre aproximadamente el 10% en peso y aproximadamente el 60% en peso. En este ejemplo, se utilizaron partículas de erucamida con forma sustancialmente esférica producidas mediante un procedimiento de micronización por pulverización en fusión y recubiertas, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de sílice ahumada al 0,5% en peso (figura 1) para proteger la erucamida de la humedad ambiental. Las partículas recubiertas con sílice ahumada se caracterizaron con un tamaño promedio de partícula de aproximadamente 63 μm y todas las partículas tenían un diámetro menor que aproximadamente 250 μm .

En este ejemplo, todas las mezclas de polvos se prepararon utilizando ATOMET 1001HP, un polvo de acero atomizado con agua, fabricado por Rio Tinto Metal Powders. Cada una se mezcló con el 1,8% en peso de cobre, el 0,7% en peso de grafito natural y el 0,7% en peso de un lubricante. El lubricante de material compuesto en partículas ensayado en este ejemplo (mezcla ID-1) incluía el 40% en peso de partículas de erucamida recubiertas con nanopartículas de sílice ahumada y el 60% en peso de partículas de Acrawax® C, como cera de bisamida

grasa.

Se utilizaron dos mezclas de polvos basados en hierro como puntos de referencia. Una primera mezcla de polvos basados en hierro contenía Kenolube® P11 (mezcla ID-2) y una segunda de las mezclas de polvos basados en hierro contenía Acrawax® C atomizada (mezcla ID-3). Kenolube® P11 y Acrawax® C son lubricantes disponibles en el mercado y conocidos que se utilizan ampliamente en la industria de PM. Acrawax® C es una cera de amida y, más en particular, una N, N'-etilen bisestearamida que tiene un tamaño promedio de partícula de aproximadamente 5-7 µm y Kenolube® P11 es una composición del 22,5% en peso de estearato de cinc y el 77,5% en peso de una cera de amida. La tabla 1, a continuación, describe las mezclas de polvos basados en hierro que se evaluaron por su compactación y rendimiento de expulsión.

Tabla 1. Mezclas de polvos utilizadas para determinar el comportamiento de compactación y expulsión de tres lubricantes.

Identificación de mezcla	Polvo base	Cobre	Grafito	Lubricante
1	AT-1001 HP	1,8% en peso	0,7% en peso	[Erucamida recubierta al 0,28% en peso + Acrawax® C al 0,42% en peso] al 0,7% en peso
2 (Comparativa)				Kenolube® P11 al 0,7% en peso
3 (Comparativa)				Acrawax® C al 0,7% en peso

La densidad aparente y el caudal se midieron utilizando un aparato medidor del flujo Hall, según las normas MPIF 4 y 3, respectivamente (MPIF, Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products – Edición de 2012, Princeton, NJ (Estados Unidos): Metal Powder Industries Federation; 2012, pág. 150). El comportamiento de compactación y expulsión se evaluaron en el National Research Council Canada (Boucherville, Canadá) en una prensa mecánica de 150 toneladas. La prensa está equipada con medidores de tensión que pueden registrar la presión aplicada sobre el punzón superior e inferior a lo largo de todo el procedimiento de compactación y expulsión. Se compactaron anillos de 12,7 mm de altura y de 25,4 mm de ancho con un diámetro de pasador de núcleo de 14,2 mm a 5 piezas por minuto en una matriz de carburo de tungsteno. Las piezas tenían una proporción M/Q de 4,54, mientras que una barra TRS estándar según la norma MPIF 60 tenía una proporción M/Q de aproximadamente 1,4. A efectos de obtener curvas de capacidad de compresión completas, las piezas se presionaron a cuatro presiones de compactación de 485, 620, 715 y 825 MPa.

Los resultados mostrados en la tabla 2, a continuación, y en las figuras 3 a 6 mostraron una capacidad de compresión similar para la mezcla ID-1 que Acrawax® C (mezcla ID-3) y Kenolube® P11 (mezcla ID-2). Las acciones de expulsión para la mezcla ID-1 fueron similares a Kenolube® P11 (mezcla ID-2), pero significativamente mejores que Acrawax® C (mezcla ID-3).

Tabla 2. Resultados para las mezclas de polvos detalladas en la tabla 1

Identificación de mezcla	Presión de compactación (tsi)	Densidad cruda (g/cc)	Presión de extracción (tsi)	Presión de deslizamiento (tsi)	Presión de deslizamiento fuera de la matriz (tsi)
1	35,5	6,96	0,90	0,82	0,75
	45,4	7,12	1,00	0,91	0,80
	51,7	7,18	0,98	0,87	0,76
	59,4	7,22	0,93	0,80	0,67
2 (Comparativa)	35,7	7,00	0,88	0,78	0,68
	44,5	7,14	0,96	0,86	0,75
	52,3	7,22	0,91	0,81	0,69
	59,3	7,25	0,89	0,78	0,66
3 (Comparativa)	35,8	6,97	0,96	0,87	0,76
	45,6	7,15	1,17	1,07	0,94
	53,0	7,19	1,19	1,09	0,97
	59,5	7,23	1,20	1,09	0,94

Ejemplo B

En este ejemplo, se midió la resistencia de dos mezclas de polvos basados en hierro a ambientes cálidos y húmedos según un procedimiento establecido en Thomas y otros (2009) (Thomas, Y.; St-Laurent, S.; Pelletier, S.; Gélinas, C. en Effect of Atmospheric Humidity and Temperature on the Flowability of Lubricated Powder Metallurgy Mixes, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Las Vegas, 28 de junio-1 de julio de 2009; MPIF, Princeton, NJ, Estados Unidos). Se prepararon muestras basadas en un polvo basado en AT-1001HP y que contenían el 0,6% en peso de grafito natural, el 0,3% en peso de MnS y el 0,8% en peso de lubricante. Las mezclas se describen en la tabla 3 a continuación.

Tabla 3. Descripción de las mezclas de polvos que se utilizan para evaluar la resistencia a la humedad.

Identificación de mezcla	Polvo base	Grafito	MnS	Lubricante
4	AT-1001 HP	0,6% en peso F25	0,3% en peso Arcmetal	[Erucamida recubierta al 0,32% en peso + Acrawax® C al 0,48% en peso] al 0,8% en peso
5 (Comparativa)				Kenolube® al 0,8% en peso
6 (Comparativa)				[Erucamida no recubierta al 0,32% en peso + Acrawax® C al 0,48% en peso] al 0,8% en peso + sílice ahumada añadida a la mezcla de polvos metálicos

Los lubricantes muy higroscópicos no fluirán después del periodo de acondicionamiento, mientras que se espera que los lubricantes no higroscópicos mantengan su comportamiento de fluidez. Para realizar esta prueba, se colocaron muestras de 1 kilogramo (kg) de las mezclas de polvos basados en hierro en una cámara de clima controlado Blue M que está equipada con un pequeño mezclador de tipo V. Cada mezcla de polvos se colocó en el mezclador que se dejó abierto durante un período aproximado de una hora. Este lapso de tiempo es necesario para las mezclas de polvos alcancen el equilibrio con su entorno. Para esta prueba, la cámara se fijó a una temperatura de 60°C y el 60% de HR. Después de este período, el mezclador se cerró y las mezclas de polvos se mezclaron durante 30 minutos, después de lo cual se recogió una muestra. Después de completar la toma de muestras, se puso en marcha el mezclador durante un período de 24 horas. Una vez que terminó este período, se tomó otra muestra. Se midieron el caudal y la densidad aparente en la primera muestra (tomada después de 30 minutos de tiempo de mezcla). La última muestra se midió también después de un período de descanso de 24 horas.

Los resultados se muestran en las figuras 7 y 8. Ambos lubricantes en las mezclas ID-4 e ID-5 presentaron un buen caudal de Hall después de una corta exposición a una atmósfera cálida y húmeda. Este no fue el caso para la mezcla ID-6 que ya no mostró ningún flujo medible. Esto indica que la mezcla de sílice ahumada con la mezcla de polvos no puede protegerla contra la exposición a ambientes húmedos. Por otro lado, después de una exposición más larga a la humedad, la mezcla ID-4 es la única mezcla que fluye, lo que indica los beneficios de utilizar las partículas de erucamida recubiertas con la sílice ahumada. En cuanto a la densidad aparente, se obtuvieron valores ligeramente más elevados para la mezcla ID-4, mientras que se observó una reducción significativa de la densidad aparente para la mezcla ID-5 después de una larga exposición a una atmósfera húmeda. La erucamida recubierta ofrece, en consecuencia, una buena protección contra la exposición a la humedad.

En la presente memoria descriptiva se han descrito e ilustrado varias realizaciones alternativas y ejemplos. Las realizaciones de la presente invención descritas anteriormente pretenden ser solamente ejemplos. Un experto en la materia entenderá las características de las realizaciones individuales y las posibles combinaciones y variaciones de los componentes. Un experto en la materia comprenderá, además, que cualquiera de las realizaciones podría proporcionarse en cualquier combinación con las otras realizaciones descritas en la presente memoria descriptiva. Se entiende que la presente invención puede realizarse en otras formas específicas sin apartarse del alcance de las reivindicaciones. Los presentes ejemplos y realizaciones, por lo tanto, deben considerarse en todos los aspectos como ilustrativos y no restrictivos, y la presente invención no está limitada a los detalles proporcionados en la presente memoria descriptiva. Por consiguiente, aunque se han ilustrado y descrito las realizaciones específicas, se pueden idear numerosas modificaciones. Por lo tanto, el alcance de la presente invención pretende estar limitado solamente por el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Lubricante de material compuesto en partículas para metalurgia de polvos, que comprende: primeras partículas discretas que comprenden una cera de monoamida primaria grasa y que están sustancialmente libres de cera de bisamida grasa, y segundas partículas discretas libres de estearato metálico que comprenden una cera de bisamida grasa, estando el lubricante de material compuesto en partículas **caracterizado por que** la cera de monoamida primaria grasa está recubierta, como mínimo, parcialmente, con nanopartículas de óxido metálico, teniendo las primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, un tamaño promedio de partícula entre 15 μm y 100 μm y las segundas partículas discretas libres de estearato metálico tienen un tamaño promedio de partícula menor que 50 μm .
2. Lubricante de material compuesto en partículas, según la reivindicación 1, en el que las primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, tienen un tamaño promedio de partícula de entre 25 μm y 75 μm o un D99 de las primeras partículas discretas recubiertas, como mínimo, parcialmente, es de entre 80 μm y 220 μm , de manera preferente, entre 115 μm y 180 μm .
3. Lubricante de material compuesto en partículas, según una de las reivindicaciones 1 y 2, en el que las segundas partículas discretas tienen un tamaño promedio de partícula menor que 15 μm o un D99 de las segundas partículas discretas es menor que 200 μm , de manera preferente, menor que 150 μm .
4. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las primeras partículas discretas comprenden como mínimo, el 90% en peso de la cera de monoamida primaria grasa.
5. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el lubricante de material compuesto en partículas comprende entre el 10% en peso y el 60% en peso de las primeras partículas discretas y entre el 40% en peso y el 90% en peso de las segundas partículas discretas.
6. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que las primeras partículas discretas consisten esencialmente en la cera de monoamida primaria grasa recubiertas, como mínimo, parcialmente, con las nanopartículas de óxido metálico.
7. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que las segundas partículas discretas comprenden, además, como mínimo, el 50% en peso de la cera de bisamida grasa y menos del 10% en peso de una cera de monoamida primaria grasa y, de manera preferente, las segundas partículas discretas comprenden, además, como mínimo, el 90% en peso de la cera de bisamida grasa.
8. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que las segundas partículas discretas consisten esencialmente en la cera de bisamida grasa y, de manera preferente, las segundas partículas discretas están sustancialmente libres de metal.
9. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la cera de monoamida primaria grasa es una monoamida de un ácido graso de 12 a 24 carbonos y, de manera preferente, la monoamida se selecciona del grupo que consiste en: lauramida, palmitamida, estearamida, araquidamida, behenamida, oleamida, erucamida y combinaciones de las mismas.
10. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas, como mínimo, de uno de óxidos de hierro, TiO_2 , Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , CeO_2 y óxido de indio y titanio, y combinaciones de los mismos y, de manera preferente, las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas de sílice ahumada.
11. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que las primeras partículas discretas comprenden menos del 5% en peso de nanopartículas de óxido metálico.
12. Lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la cera de bisamida grasa es una bisamida de ácido graso seleccionada del grupo que consiste en: metilen bisoleamida, metilen bisestearamida, etilen bisoleamida, hexilen bisestearamida y etilen bisestearamida, y mezclas de las mismas o la cera de bisamida grasa de las segundas partículas discretas comprende, como mínimo, dos ceras de bisamida grasa.
13. Lubricante de material compuesto en partículas, según la reivindicación 1, en el que las primeras partículas discretas comprenden partículas de erucamida y las nanopartículas de óxido metálico comprenden nanopartículas de sílice ahumada y las segundas partículas discretas comprenden partículas de etilen bisestearamida y, de manera preferente, el lubricante de material compuesto en partículas comprende entre el 10% en peso y el 60% en peso de las partículas de erucamida y entre el 40% en peso y el 90% en peso de las partículas de etilen bisestearamida.

14. Lubricante de material compuesto en partículas, según la reivindicación 13, en el que las partículas de erucamida tienen un tamaño promedio de partícula de 60 μm y un diámetro menor que 175 μm .
- 5 15. Composición de polvo metalúrgico, que comprende un polvo basado en metal, de manera preferente, un polvo basado en hierro, mezclado con el lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en una concentración que varía entre el 0,1% en peso y el 5% en peso basándose en el peso total de la composición de polvo metalúrgico.
- 10 16. Procedimiento para producir una composición en polvo para la metalurgia de polvos, que comprende: añadir el lubricante de material compuesto en partículas, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en una concentración que varía entre el 0,1% en peso y el 5% en peso, basándose en el peso total de la composición de polvos, con respecto a un polvo basado en metal, de manera preferente, un polvo basado en hierro.

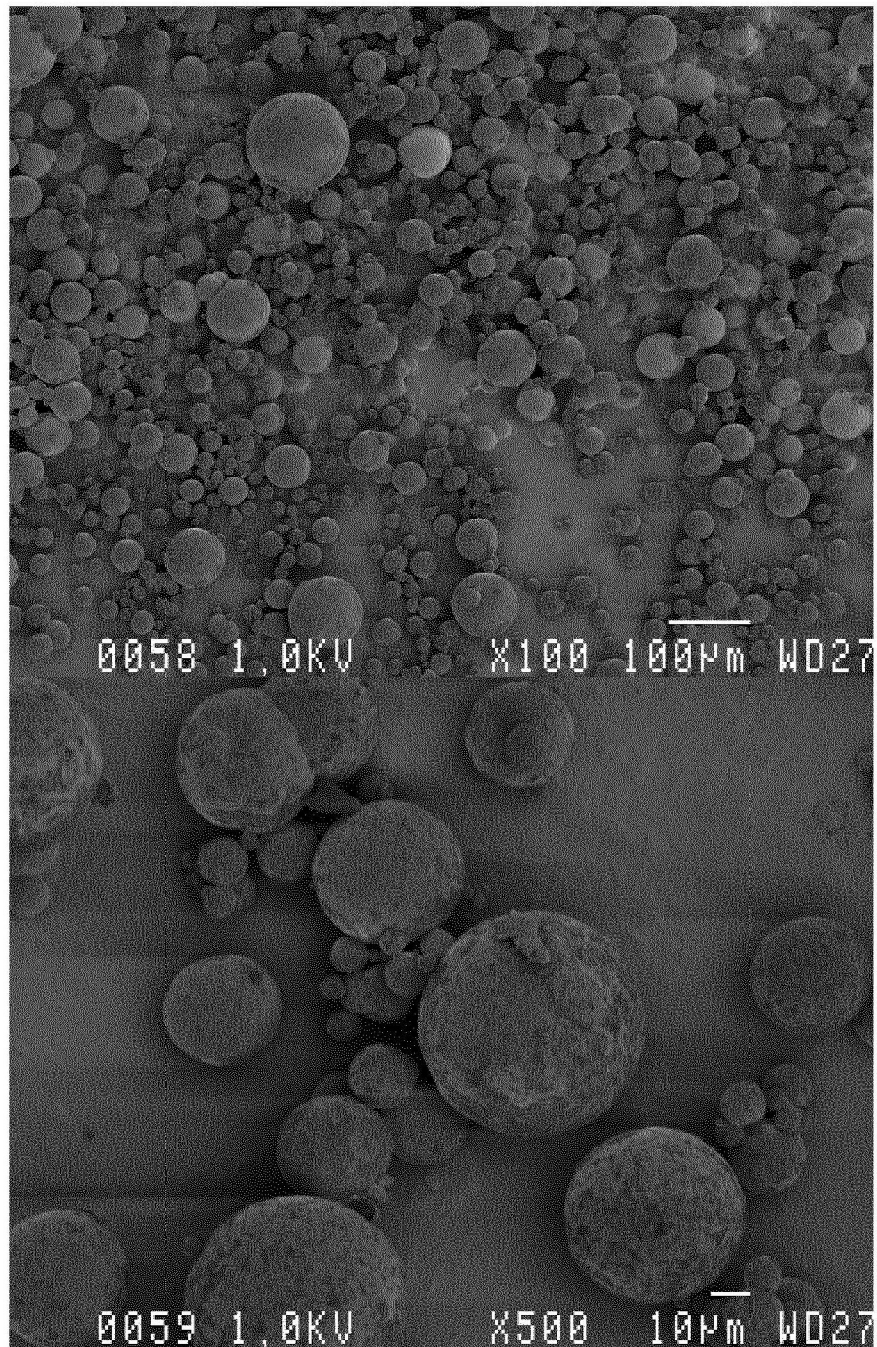


FIG. 1

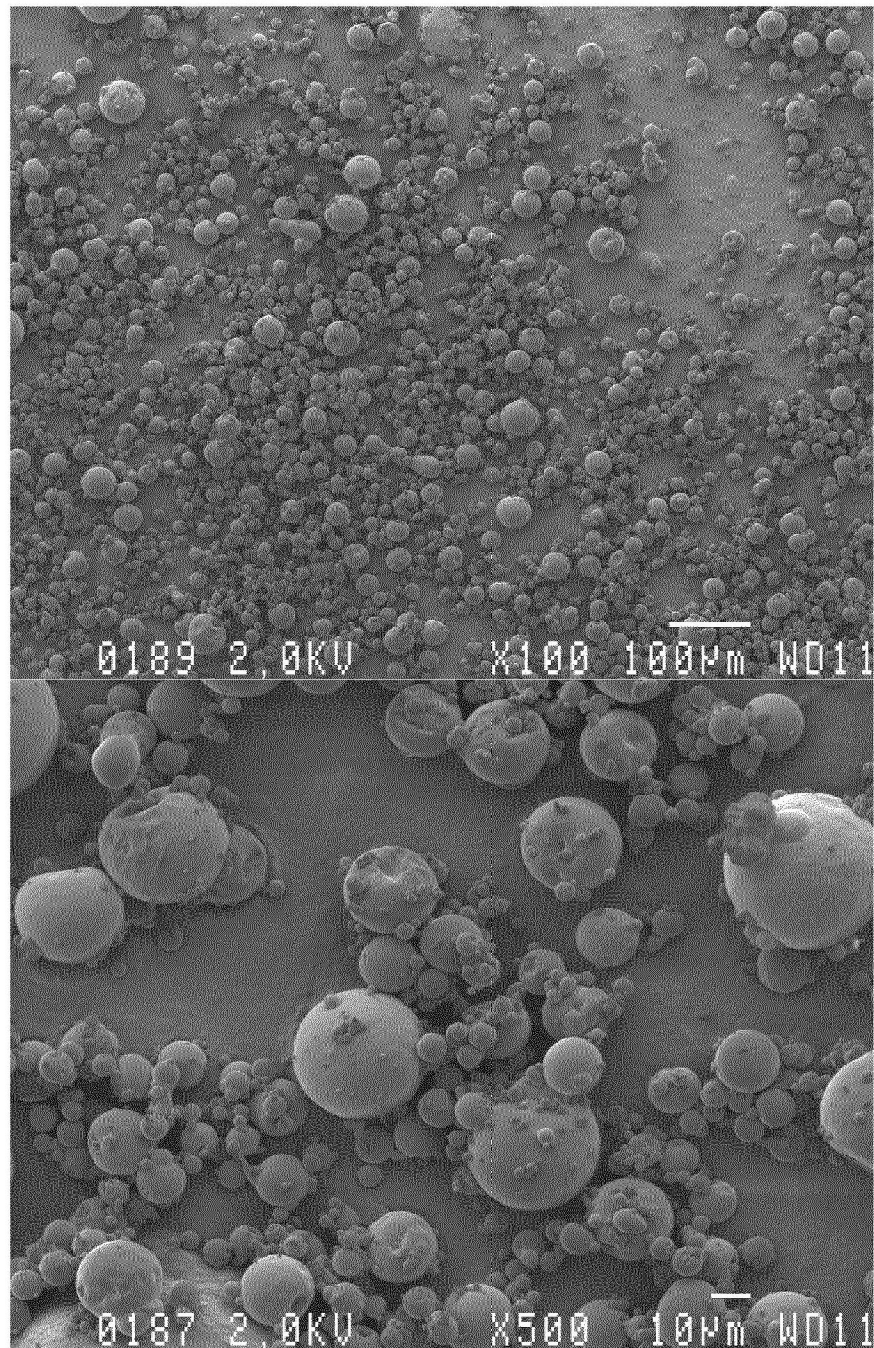


FIG. 2

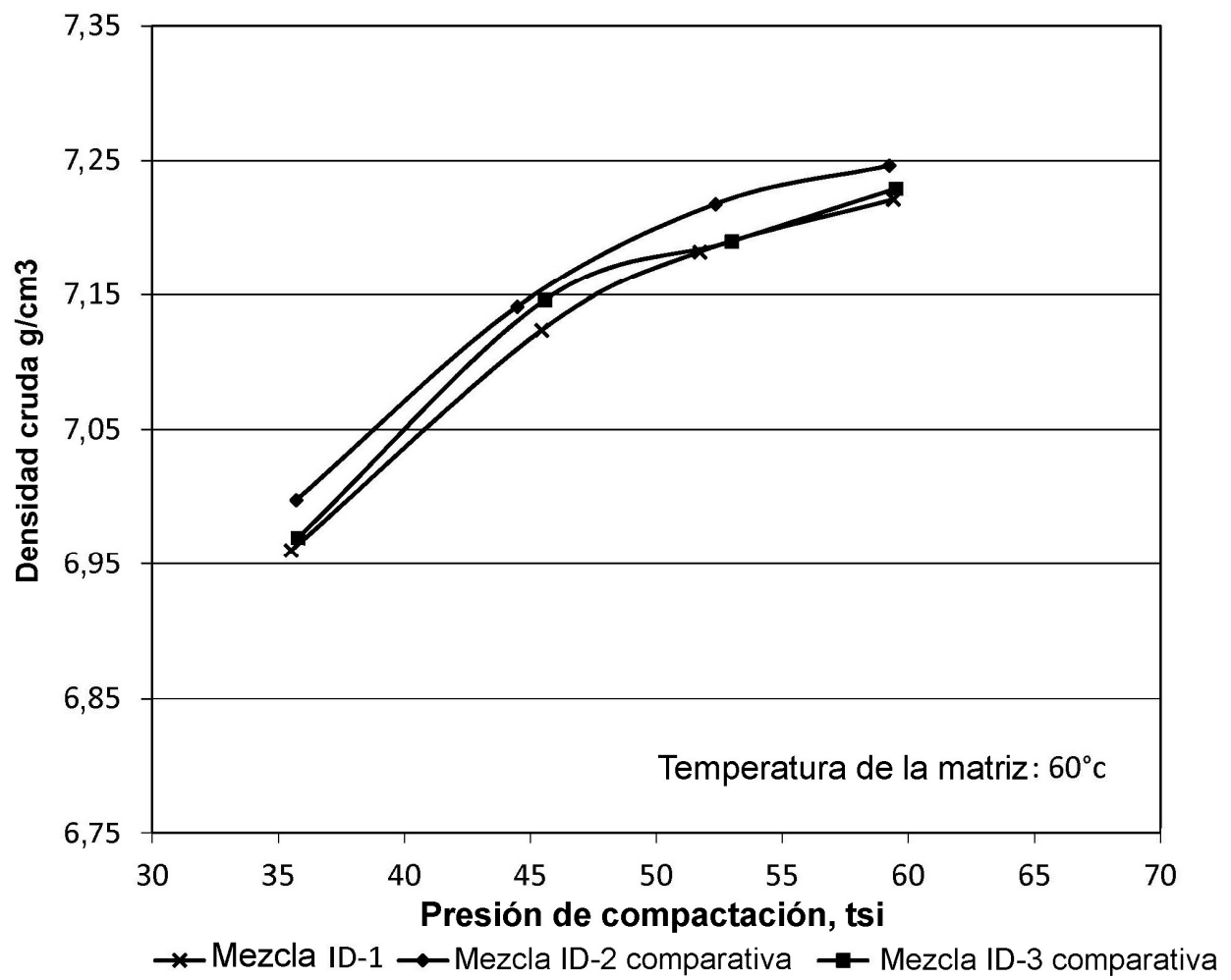


FIG. 3

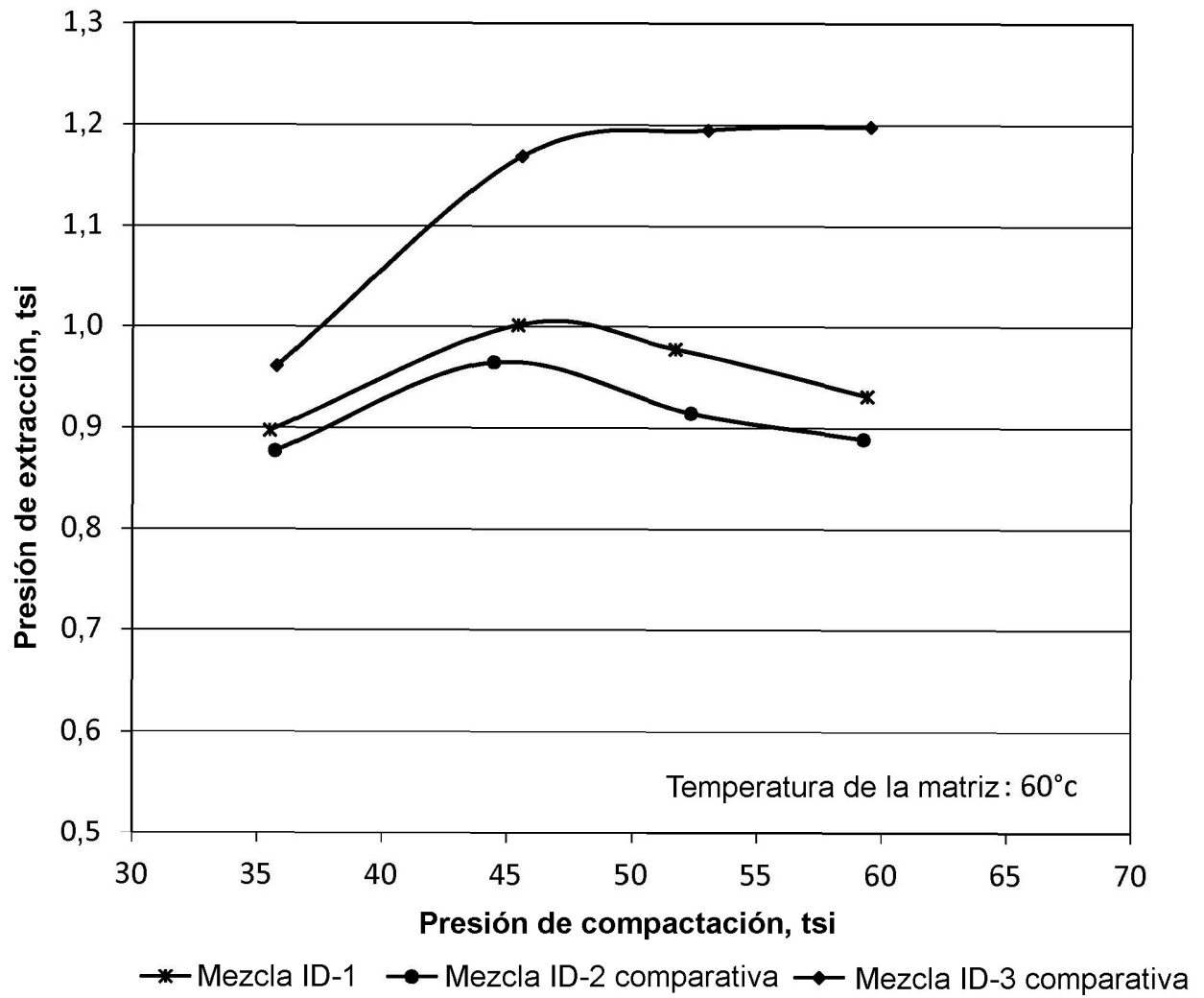


FIG. 4

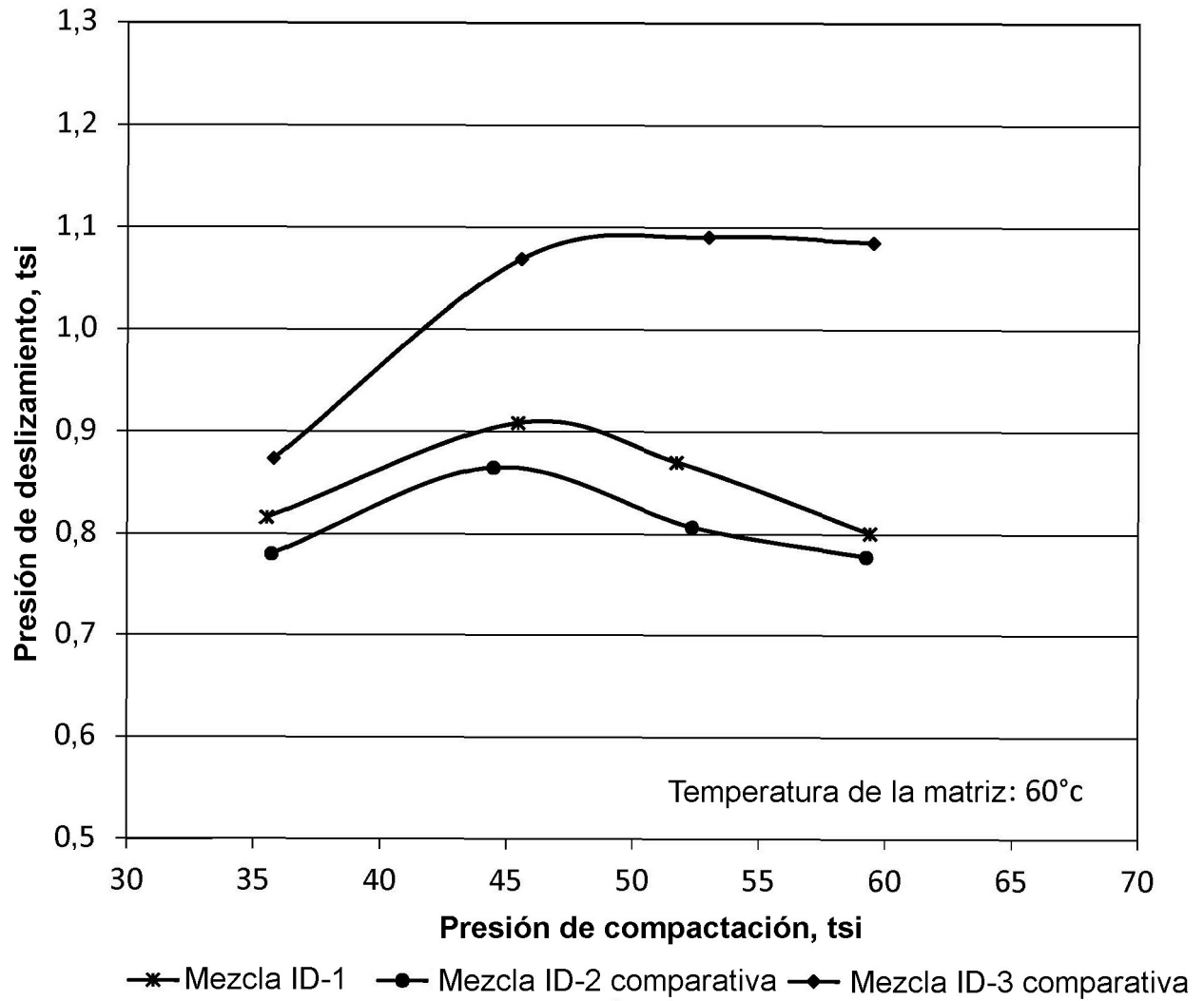


FIG. 5

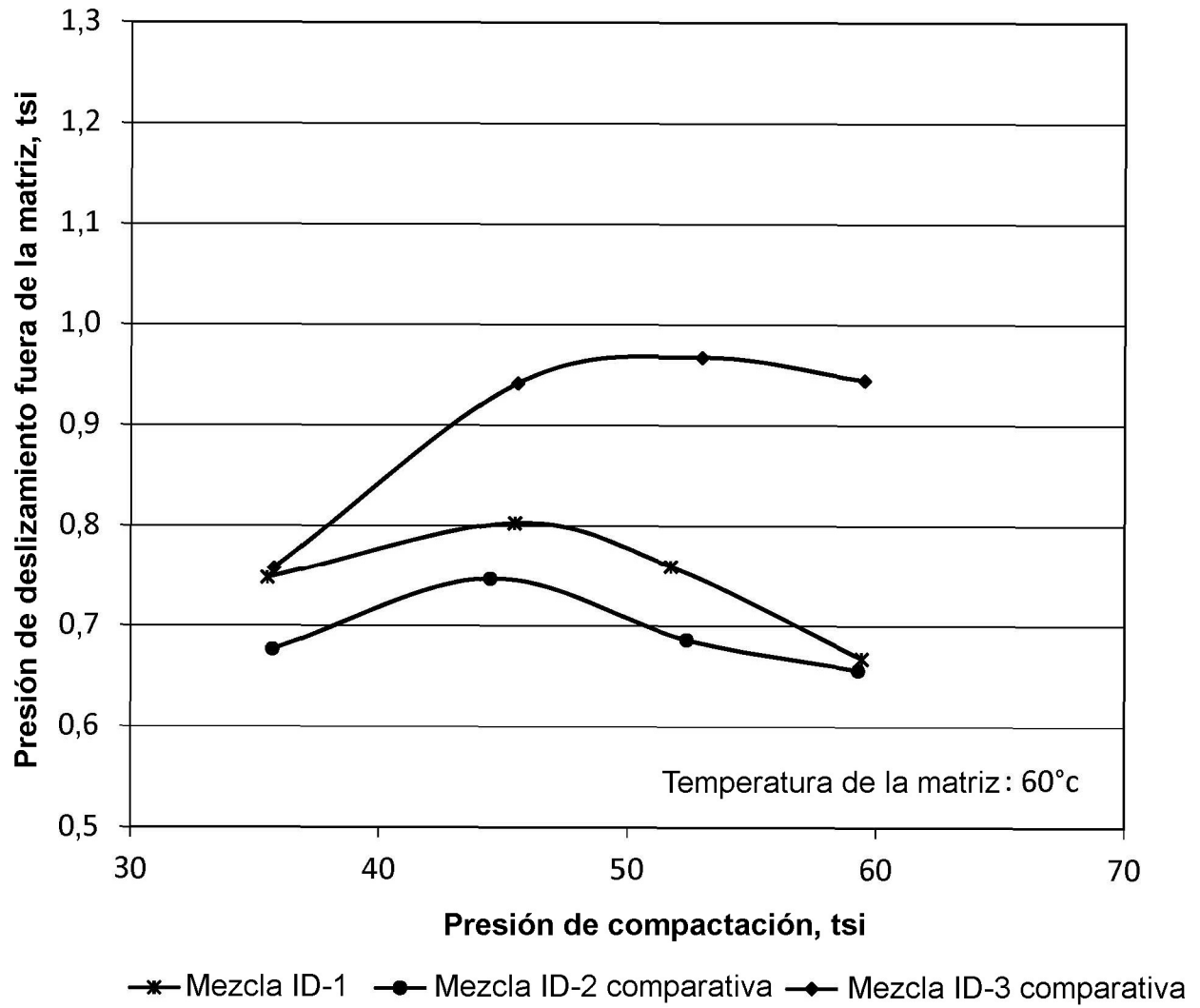


FIG. 6

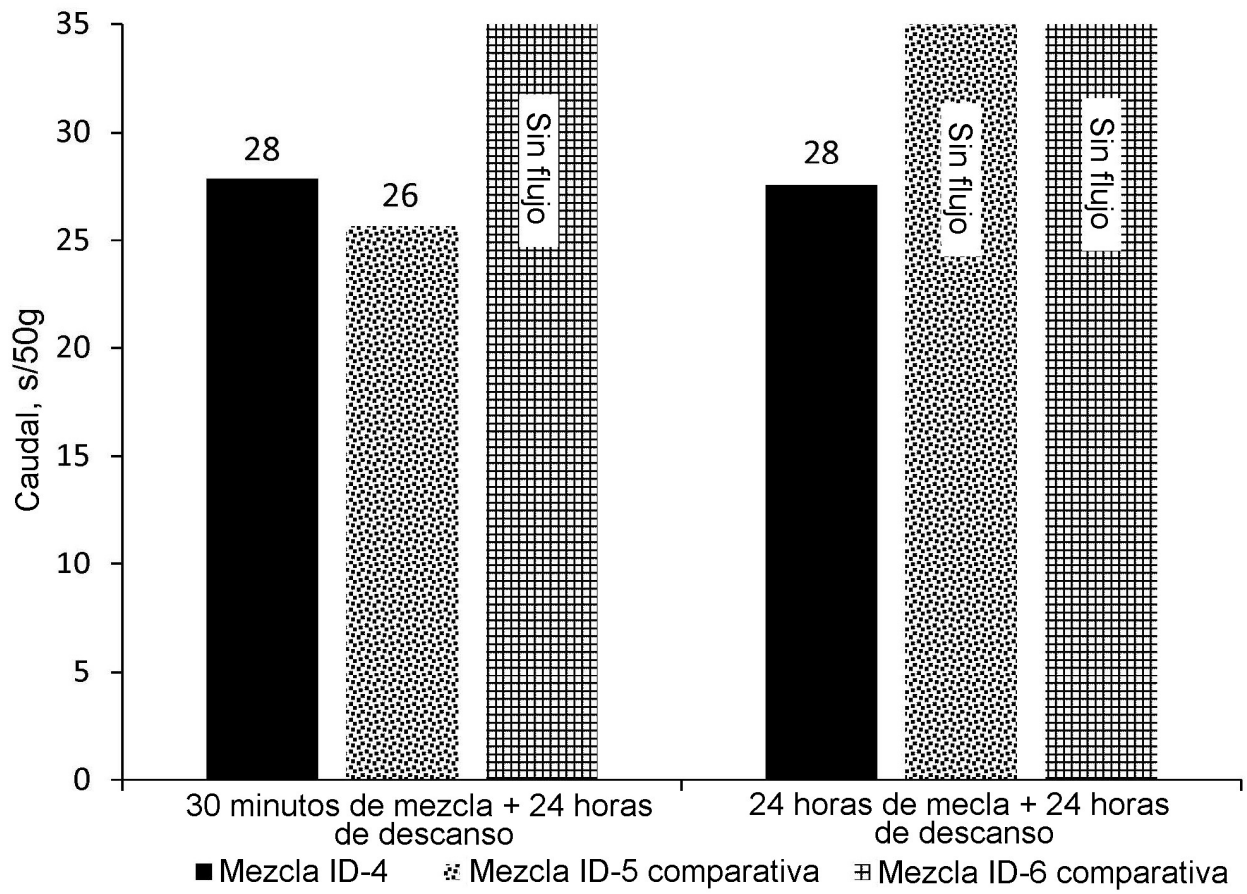


FIG. 7

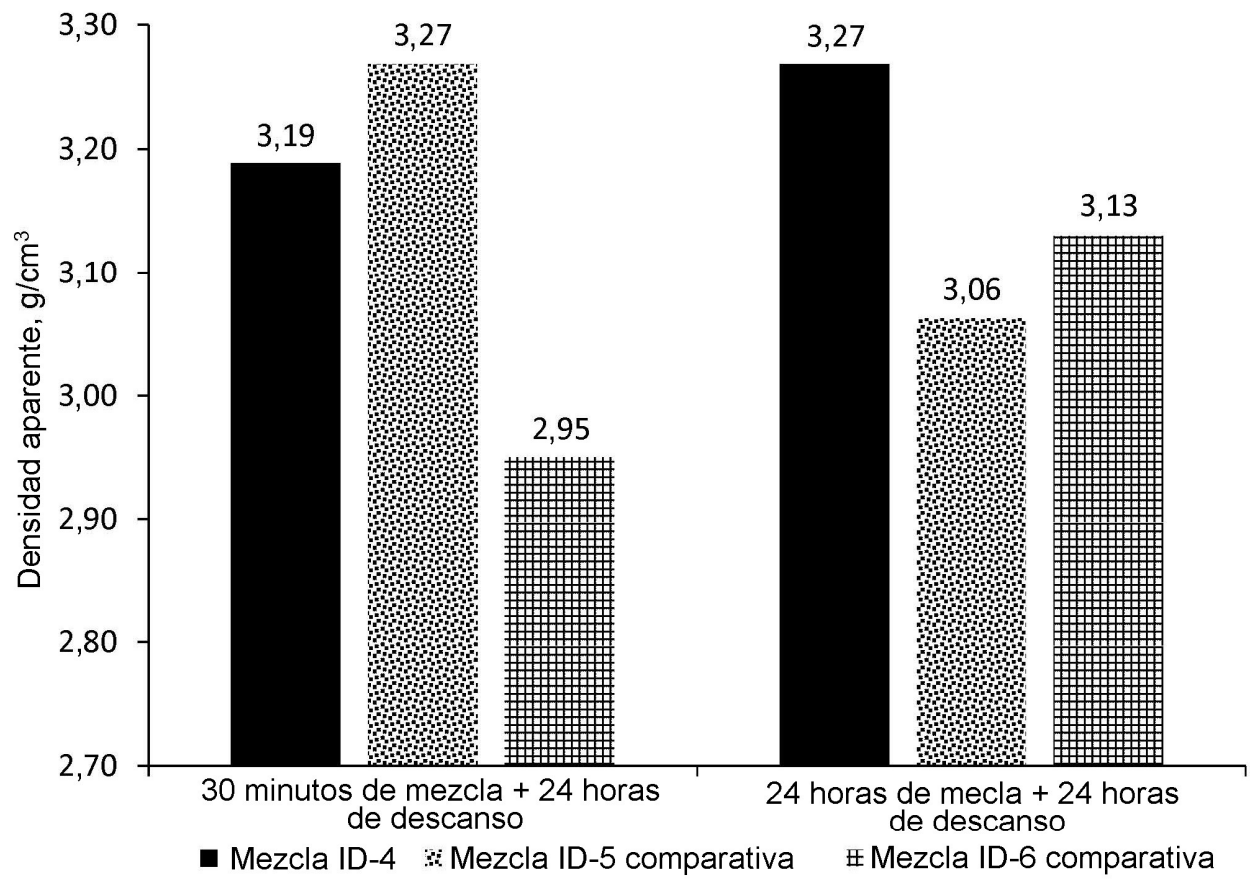


FIG. 8