

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 746 065**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00 (2006.01)

C22C 33/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.02.2013 PCT/US2013/027213**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.08.2013 WO13126623**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.02.2013 E 13708017 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2019 EP 2817115**

54 Título: **Sistema lubricante mejorado para su uso en metalurgia de polvos**

30 Prioridad:

24.02.2012 US 201261602748 P

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

04.03.2020

73 Titular/es:

**HOEGANAES CORPORATION (100.0%)
1001 Taylors Lane
Cinnaminson, New Jersey 08077 , US**

72 Inventor/es:

**HANEJKO, FRANCIS, G. y
TAMBUSSI, WILLIAM**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 746 065 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

Sistema lubricante mejorado para su uso en metalurgia de polvos

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a composiciones de polvo metalúrgico que incluyen un sistema lubricante mejorado. Estas composiciones de polvo metalúrgico se pueden usar para formar piezas compactadas.

Antecedentes

10 Los lubricantes orgánicos se usan comúnmente en el campo metalúrgico de polvos para contribuir a la elección de piezas y troqueles metálicos compactados. Pero aunque los lubricantes resultan necesarios, su uso confiere la densidad de prensado máxima que se puede conseguir de la pieza compactada. Como tal, los técnicos deben sacrificar densidad de prensado y densidad de sinterizado con el fin de lubricar de manera suficiente la pieza compactada, para que pueda ser expulsada del troquel. Los lubricantes que maximizan la densidad de prensado resultan todavía necesarios.

15 El documento US 2007/186722 A1 divulga procedimientos de preparación de componentes compactados de alta densidad que aumentan la lubricidad de las composiciones de polvo metalúrgico al tiempo que reducen el contenido orgánico total del componente compactado.

Resumen

20 La presente invención va destinada a composiciones de polvo metalúrgico que comprenden al menos un 90 % en peso de un polvo metalúrgico basado en hierro; un estearato metálico del Grupo 1 o Grupo 2; una primera cera que tiene un intervalo de fusión entre 80 y 100 °C; de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de una segunda cera que tiene un intervalo de fusión de entre 80 y 90 °C; fosfato de cinc; ácido bórico; ácido acético; ácido fosfórico; y un aglutinante. También se describen procedimientos de compactación de dichas composiciones de polvo metalúrgico, así como las fracciones compactas preparadas de acuerdo con esos procedimientos.

Breve descripción de los dibujos

25 La Figura 1 muestra los datos de deslizamiento de fleje de una composición de polvo metalúrgico de la invención, en comparación con otras composiciones de polvo metalúrgico.

Descripción detallada de las realizaciones ilustrativas

La presente invención va destinada a composiciones de polvo metalúrgico que comprenden un lubricante orgánico mejorado. El uso de las composiciones de la invención proporciona piezas compactadas que tienen densidades de prensado elevadas en comparación con las piezas fabricadas usando otra composición lubricante orgánica.

30 La invención va destinada a composiciones de polvo metalúrgico que comprenden un polvo basado en hierro. Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen al menos un 90 % en peso de un polvo metalúrgico basado en hierro.

35 Los polvos de hierro sustancialmente puros son polvos de hierro que contienen no más que aproximadamente 1,0 % en peso, preferentemente no más que aproximadamente un 0,5 % en peso, de impurezas normales. Los ejemplos de dichos polvos de hierro de calidad metalúrgica, altamente aptos para compresión, son la serie ANCORSTEEL 1000 de polvos de hierro puros, por ejemplo 1000, 1000B y 1000C, disponibles en Hoeganaes Corporation, Riverton, Nueva Jersey. Por ejemplo, el polvo de hierro ANCORSTEEL 1000 tiene un perfil de tamizado típico de aproximadamente un 22 % en peso de partículas por debajo de un tamiz N°. 325 (serie de Estados Unidos) y aproximadamente un 10 % en peso de partículas mayores que un tamiz N°. 100, con el resto entre estos dos tamaños (cantidades de traza mayores que un tamiz N°. 60). El polvo ANCORSTEEL 1000 tiene una densidad aparente de aproximadamente 2,85-3,00 g/cm³, típicamente 2,94 g/cm³. Otros polvos de hierro sustancialmente puros que se pueden usar en la invención son polvos de hierro de esponja típicos, tales como el polvo ANCOR MH-100 de Hoeganaes.

45 Los polvos basados en hierro pre-aleados a modo de ejemplo son polvos de acero inoxidable. Estos polvos de acero inoxidable se encuentran disponibles comercialmente en diversas calidades en la serie ANCOR® de Hoeganaes, tales como ANCOR® 303L, 304L, 316L, 410L, 430L, 434L y 409Cb. De igual forma, los polvos basados en hierro incluyen aceros para herramientas formados por medio de procedimientos de metalurgia de polvos.

50 Otros polvos basados en hierro a modo de ejemplo son polvos de hierro sustancialmente puros pre-aleados con elementos de aleación, tales como por ejemplo molibdeno (Mo). Los polvos de hierro pre-aleados con molibdeno se producen por medio de atomización de una masa fundida de hierro sustancialmente puro que contiene de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 2,5 por ciento en peso de Mo. Un ejemplo de dicho polvo es el polvo de acero ANCORSTEEL 85HP de Hoeganaes, que contiene aproximadamente un 0,85 por ciento en peso de Mo, menos que aproximadamente un 0,4 por ciento en peso, en total, de otros materiales tales como manganeso,

5 cromos, silicio, cobre, níquel, molibdeno o aluminio, y menos que aproximadamente un 0,02 por ciento de carbono. Otros ejemplos de polvos de hierro que contienen molibdeno son polvo ANCORSTEEL 737 de Hoeganaes (que contiene aproximadamente un 1,4 % en peso de Ni – aproximadamente un 1,25 % en peso de Mo – aproximadamente un 0,4 % en peso de Mn; Fe de equilibrio), polvo ANCORSTEEL 2000 (que contiene aproximadamente un 0,46 % en peso de Ni – aproximadamente un 0,61 % en peso de Mo – aproximadamente un 0,25 % en peso de Mn; Fe de equilibrio), polvo ANCORSTEEL 4300 (aproximadamente un 1 % en peso de Cr – aproximadamente un 1,0 % en peso de Ni – aproximadamente un 0,8 % de Mo – aproximadamente un 0,6 % en peso de Si – aproximadamente un 0,1 % en peso de Mn; Fe de equilibrio) y polvo ANCORSTEEL 4600V (aproximadamente un 1,83 % en peso de Ni – aproximadamente un 0,56 % en peso de Mo – aproximadamente un 0,15 % en peso de Mn; Fe de equilibrio). Otros polvos basados en hierro a modo de ejemplo se divulgan en el documento US 2005/220657.

15 Un polvo basado en hierro pre-aleado adicional se divulga en la patente de Estados Unidos N°. 5.108.493. Estas composiciones de acero en polvo son una mezcla de dos polvos basados en hierro pre-aleados diferentes, uno que es una pre-aleación de hierro con 0,5-2,5 por ciento en peso de molibdeno, el otro es una pre-aleación de hierro con carbono y con al menos aproximadamente un 25 por ciento en peso de componente de elemento de transición, en la que el presente componente comprende al menos un elemento seleccionado entre el grupo que consiste en cromo, manganeso, vanadio y columbio. La mezcla está en proporciones que proporcionan al menos aproximadamente un 0,05 % en peso del componente de elemento de transición a la composición de acero en polvo. Un ejemplo de dicho polvo se encuentra disponible comercialmente como polvo de acero ANCORSTEEL 41 AB, que contiene aproximadamente un 0,85 % en peso de molibdeno, aproximadamente un 1 % en peso de níquel, aproximadamente un 0,9 % en peso de manganeso, aproximadamente un 0,75 % en peso de cromo y aproximadamente un 0,5 % en peso de carbono.

25 Otro ejemplo de polvos basados en hierro son polvos basados en hierro unidos por difusión que son partículas de hierro sustancialmente puro que tiene una capa o revestimiento de uno o más de otros elementos de aleación o metales, tales como elementos de producción de acero, difundidos en su superficie externa. Un procedimiento típico para la preparación de dichos polvos es la atomización de una masa fundida de hierro y posteriormente la combinación de este polvo recocido atomizado con polvos de aleación, y re-recocido de esta mezcla en polvo en un horno. Dichos polvos comercialmente disponibles incluyen polvo unido por difusión DISTALLOY 4600A de Hoeganaes Corporation, que contiene aproximadamente un 1,8 % de níquel, aproximadamente un 0,55 % de molibdeno, y aproximadamente un 1,6 % de cobre, y polvo unido por difusión DISTALLOY 4800A de Hoeganaes Corporation, que contiene aproximadamente un 4,05 % de níquel, aproximadamente un 0,55 % de molibdeno y aproximadamente un 1,6 % de cobre.

35 Las partículas de polvos basados en hierro, tales como hierro sustancialmente puro, hierro unido por difusión y hierro pre-aleado, tienen una distribución de tamaños de partícula. Típicamente, estos polvos son tales que aproximadamente un 90 % en peso de la muestra en polvo puede atravesar un tamiz N°. 45 (serie de Estados Unidos), y más preferentemente al menos aproximadamente un 90 % en peso de la muestra en polvo puede atravesar un tamiz N°. 60. Típicamente, estos polvos tienen al menos aproximadamente un 50 % en peso del polvo que pasa a través de un tamiz N°. 70 y retenido por encima o mayor que un tamiz N°. 400, más preferentemente al menos aproximadamente un 50 % en peso del polvo que pasa a través de un tamiz N°. 70 y retenido por encima o mayor que un tamiz N°. 325. De igual forma, estos polvos típicamente tienen al menos aproximadamente un 5 por ciento en peso, más comúnmente al menos aproximadamente un 10 por ciento en peso, y generalmente al menos aproximadamente un 15 por ciento en peso de partículas que pasan a través de un tamiz N°. 325. Se hace referencia a la Norma MPIF 05 para análisis en tamiz.

45 Como tal, las composiciones de polvo metalúrgico pueden tener un tamaño promedio de partícula expresado en peso tan pequeño como un micrómetro o menos, o hasta aproximadamente 850-1000 micrómetros, pero generalmente las partículas tienen un tamaño promedio de partícula expresado en peso dentro del intervalo de aproximadamente 10-500 micrómetros. Se prefieren partículas de hierro o hierro pre-aleado que tengan un valor máximo de tamaño promedio de partícula expresado en peso de aproximadamente 350 micrómetros; más preferentemente las partículas tiene un tamaño promedio de partícula expresado en peso dentro del intervalo de aproximadamente 25-150. En una realización preferida, las composiciones de polvo metalúrgico tienen un tamaño de partícula típico menor que 150 micrómetros (malla metálica -100), incluyendo, por ejemplo, polvos que tienen de un 38 % a un 48 % de las partículas con un tamaño de partícula menor que 45 micrómetros (malla metálica -325).

55 Los polvos basados en hierro descritos que constituyen el polvo de metal de base, o al menos una cantidad principal del mismo, son preferentemente polvos atomizados en agua. Estos polvos basados en hierro tienen densidades aparentes de al menos 2,75, preferentemente entre 2,75 y 4,6, más preferentemente entre 2,8 y 4,0, y en algunos casos más preferentemente entre 2,8 y 3,5 g/cm³.

60 Las composiciones de polvo metalúrgico resistentes a la corrosión incorporan uno o más aditivos de aleación que mejoran las propiedades mecánicas y otras de las piezas finales compactadas. Los aditivos de aleación se combinan con el polvo de hierro de base por medio de técnicas convencionales de metalurgia de polvos conocidas por los expertos en la técnica, tales como por ejemplo, técnicas de mezcla, técnicas de pre-aleación, o técnicas de unión por difusión. Preferentemente, los aditivos de aleación se combinan con un polvo basado en hierro por medio

de técnicas de pre-aleación, es decir, preparando una masa fundida de hierro y los elementos de aleación deseados, y posteriormente atomizando la masa fundida, de manera que las gotas atomizadas formen el polvo tras solidificación.

5 Los aditivos de aleación son aquellos conocidos en la industria metalúrgica de polvos para mejorar la resistencia a la corrosión, resistencia, templabilidad u otras propiedades deseadas de los artículos compactos. Los elementos de producción de acero están entre los más conocidos de estos materiales. Los ejemplos de elementos de aleación incluyen, aunque sin limitación, cromo, grafito (carbono), molibdeno, cobre, níquel, azufre, fósforo, silicio, manganeso, titanio, aluminio, magnesio, oro, vanadio, columbio (niobio) o combinaciones de los mismos. Los elementos de aleación preferidos son acero que produce aleaciones, tales como por ejemplo, cromo, grafito, 10 molibdeno, níquel o combinaciones de los mismos. La cantidad de elemento o elementos de aleación incorporada depende de las propiedades deseadas en la pieza metálica final. Los polvos de hierro pre-aleados que incorporan dichos elementos de aleación se encuentran disponibles en Hoeganaes Corp. Como parte de su línea de polvos ANCORSTEEL.

15 Los únicos retos presentados por las técnicas de metalurgia de polvos excluyen la analogía directa y la correlación entre el acero forjado y los procedimientos de metalurgia de polvos. Por ejemplo, las composiciones de acero forjado y los procedimientos no proporcionan las ventajas asociadas a las composiciones de polvo metalúrgico y el procedimiento, que incluyen, entre otros, la producción hasta una forma casi pura, escasas o nulas operaciones secundarias requeridas, elevada utilización de material, excelente homogeneidad, disponibilidad de estructuras y técnicas únicas y capacidad para formar estructuras metalúrgicas isotrópicas.

20 Los polvos metalúrgicos pueden incluir cualquier concentración de carbono, azufre, oxígeno y nitrógeno. Por ejemplo, algunas realizaciones pueden requerir concentraciones elevadas de carbono y nitrógeno, para favorecer la formación de martensita a temperatura elevada. Las concentraciones de nitrógeno, en particular, estabilizan la fase de martensita de una microestructura de fase dual. Pero, preferentemente, los aditivos de carbono, azufre, oxígeno y nitrógeno se mantienen en un valor lo más bajo posible con el fin de mejorar la aptitud de compresión y sinterización. 25 Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen, independientemente, de aproximadamente un 0,001 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de carbono, de aproximadamente un 0,0 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de azufre, de aproximadamente un 0,0 a aproximadamente un 0,3 por ciento en peso de oxígeno y de aproximadamente un 0,0 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de nitrógeno. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen, independientemente, de aproximadamente un 30 0,001 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de carbono, de aproximadamente un 0,0 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de azufre, de aproximadamente un 0,0 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de oxígeno, de aproximadamente un 0,0 a aproximadamente un 0,1 por ciento en peso de nitrógeno.

Similarmente, los polvos metalúrgicos pueden incluir adiciones de silicio en cualquier concentración. No obstante, las concentraciones elevadas de silicio, por ejemplo mayores que aproximadamente un 0,85 por ciento en peso, se 35 utilizan para producir un polvo que tenga bajo contenido en oxígeno. Típicamente, el nivel de silicio en la masa fundida se aumenta antes de la atomización. Las adiciones de silicio añaden resistencia a las piezas compactadas, y también estabilizan la fase de ferrita de la microestructura en fase dual. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen hasta aproximadamente un 1,5 por ciento en peso de silicio. Mas preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 1,5 por ciento en 40 peso de silicio, e incluso más preferentemente de aproximadamente un 0,85 a aproximadamente un 1,5 por ciento en peso de silicio.

Los polvos metalúrgicos pueden contener cromo en cualquier concentración. Las adiciones de cromo estabilizan la fase ferrítica de la microestructura en fase dual y confieren resistencia a la corrosión. Generalmente, las adiciones de cromo también confieren resistencia, templabilidad y resistencia al desgaste. Preferentemente, las composiciones 45 de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 5,0 a aproximadamente un 30,0 por ciento en peso de cromo. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 30,0 por ciento en peso de cromo, e incluso más preferentemente de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 20 por ciento en peso de cromo.

Los polvos metalúrgicos pueden contener níquel en cualquier concentración. Generalmente, níquel se usa para favorecer la formación de martensita a alta temperatura. Además, níquel mejora la tenacidad, la resistencia a impactos y la resistencia a la corrosión. Aunque las adiciones de níquel pueden reducir la aptitud de compresión a concentraciones elevadas, níquel se puede usar en cantidades moderadas sin que tenga lugar una disminución drástica de la aptitud de compresión. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico resistentes 50 contienen de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 1,5 por ciento en peso de níquel, e incluso más preferentemente de aproximadamente un 1,0 a aproximadamente un 1,5 por ciento en peso de níquel.

Los polvos metalúrgicos pueden contener manganeso en cualquier concentración. Las adiciones de manganeso aumentan la capacidad de templado de trabajo de las piezas compactadas y favorecen la formación de martensita a temperatura elevada. No obstante, la concentración de manganeso generalmente se mantiene a bajos niveles porque contribuye a la formación de óxidos porosos sobre la superficie de los polvos. Este óxido poroso aumenta las 60 concentraciones sobre la superficie del polvo, lo cual impide la sinterización. Típicamente, las adiciones de

- 5 manganeso también disminuyen la aptitud de compresión de los polvos. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen hasta un 0,5 por ciento en peso de manganeso. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 0,01 a aproximadamente un 0,5 por ciento en peso de manganeso, e incluso más preferentemente de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 0,25 por ciento en peso de manganeso.
- 10 Los polvos metalúrgicos pueden contener cobre en cualquier concentración. Las adiciones de cobre aumentan la resistencia a la corrosión, aunque también proporcionan fortalecimiento de la solución de sólidos. Aunque las adiciones de cobre pueden reducir la aptitud de compresión a concentraciones elevadas, se puede usar cobre en cantidades moderadas sin que tenga lugar una disminución drástica de la aptitud de compresión. Las adiciones de cobre también favorecen la formación de martensita a temperatura elevada. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico resistentes a la corrosión contienen de aproximadamente un 0,01 a aproximadamente un 1,0 por ciento en peso de cobre. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 0,8 por ciento en peso de cobre, e incluso más preferentemente de aproximadamente un 0,25 a aproximadamente un 0,75 por ciento en peso de cobre.
- 15 Los polvos metalúrgicos pueden contener molibdeno en cualquier concentración. Los aditivos de molibdeno aumentan la templabilidad, la resistencia a temperatura elevada y la tenacidad frente a impactos, al tiempo que contribuyen a la resistencia a la oxidación a temperatura elevada. Molibdeno también contribuye a la estabilización de la fase ferrítica de la microestructura en fase dual de las piezas compactadas. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 0,01 a aproximadamente un 1,0 por ciento en peso de molibdeno. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 1,0 por ciento en peso de molibdeno, preferentemente de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 1,0 por ciento en peso de molibdeno, e incluso más preferentemente de aproximadamente un 0,85 a aproximadamente un 1,0 por ciento en peso de molibdeno.
- 20 Los polvos metalúrgicos pueden contener titanio y aluminio en cualquier concentración. Los aditivos de titanio y aluminio, individualmente, estabilizan la fase de ferrita de la microestructura de fase dual. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico contienen hasta aproximadamente un 0,2 por ciento de titanio e, independientemente, hasta un 0,1 por ciento en peso de aluminio.
- 25 Los polvos metalúrgicos pueden contener fósforo en cualquier concentración. Los aditivos de fósforo favorecen la formación de martensita a temperatura elevada. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico resistentes a la corrosión contienen hasta aproximadamente 0,1 por ciento en peso de fósforo.
- 30 Los aditivos de aleación están seleccionados para formar un sistema de aleación que proporcione propiedades deseadas. La selección de elementos de aleación individuales y las cantidades de los mismos se debería hacer de manera que no suponga un detrimento de las propiedades físicas de la composición. Por ejemplo, los elementos tales como níquel, molibdeno y cobre se pueden añadir en proporciones relativamente pequeñas para aumentar la densidad de prensado.
- 35 Los polvos metalúrgicos, tales como por ejemplo, aceros inoxidable se pueden clasificar en una diversidad de formas. Las diferencias clave en cuanto a propiedades, no obstante, vienen determinadas por el tipo de matriz de aleación creada tras el procesado. Los sistemas de aleación se basan predominantemente en matrices de aleación ferrítica, austenítica y martensítica.
- 40 Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen además estearato de metal del Grupo 1 estearato de metal del Grupo 2 o etilen bis-esteramida. Los metales del "Grupo 1" son los que se encuentran dentro del Grupo 1 de la tabla periódica e incluyen, por ejemplo, litio, sodio, potasio y cesio. Los metales del "Grupo 2" son los que se encuentran dentro del Grupo 2 de la tabla periódica e incluyen, por ejemplo, magnesio, calcio, estroncio y bario.
- 45 Preferentemente, estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2 o etilen bis-esteramida están presentes de aproximadamente un 0,05 % en peso a aproximadamente un 1,5 % en peso de la composición de polvo metalúrgico. En realizaciones preferidas, el estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2, o etilen bis-esteramida están presentes en aproximadamente un 0,08 % a aproximadamente un 1,2 % en peso de la composición de polvo metalúrgico. En realizaciones más preferidas, estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2 o etilen bis-esteramida están presentes de aproximadamente un 0,09 % a aproximadamente un 1,1 % en peso de la composición de polvo metalúrgico. Lo más preferentemente, estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2 o etilen bis-esteramida están presentes en aproximadamente un 0,1 % en peso de la composición de polvo metalúrgico. Los estearatos de metal del Grupo 1 o Grupo 2 incluyen estearato de litio y estearato de calcio. Una etilen bis-esteramida preferida es Acrawax® (Lonza Inc., Allendale, NJ).
- 50 Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención también incluyen una primera cera que tiene un intervalo de fusión de entre aproximadamente 80 y 100 °C. Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de la primera cera. En otras realizaciones, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso de la primera cera. Más preferentemente, las
- 55

composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso de la primera cera. Una primera cera a modo de ejemplo es cera de Montana.

5 Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen además una segunda cera, que es diferente de la primera cera, que tiene un intervalo de fusión de entre aproximadamente 80 y 90 °C. Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de la segunda cera. En otras realizaciones, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso de la segunda cera. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso de la segunda cera. Una segunda cera a modo de ejemplo es cera de carnaúba.

10 Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen además fosfato de cinc, ácido bórico, ácido acético, ácido fosfórico y un aglutinante.

15 Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de fosfato de cinc. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso de fosfato de cinc. Incluso más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso de fosfato de cinc.

20 Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,3 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de ácido bórico. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso de ácido bórico. Incluso más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso de ácido bórico.

25 Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de ácido acético. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso de ácido acético. Incluso más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso de ácido acético.

30 Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de ácido fosfórico. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso de ácido fosfórico. Incluso más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso de ácido fosfórico.

También se pueden añadir otros ácidos, por ejemplo, ácido cítrico. Preferentemente, estos otros ácidos están presentes en aproximadamente un 0,05 % en peso, basado en el peso de la composición de polvo metalúrgico.

35 Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de un aglutinante. Los aglutinantes usados en la invención son aquellos que minimizan la segregación durante la manipulación de polvo. Los ejemplos preferidos de dichos aglutinantes son poli(alcohol vinílico), éster de celulosa y polivinilpirrolidona. Los ésteres de celulosa incluyen, por ejemplo, aquellos que son solubles en disolventes orgánicos, por ejemplo acetona, con características de formación de película y propiedades adecuadas de descomposición térmica durante la sinterización. Dichos ésteres de celulosa son aquellos que típicamente se usan en la producción de películas fotográficas, tales como las disponibles en Eastman Kodak. Más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico de la invención incluyen de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,07 % en peso del aglutinante. Incluso más preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico incluyen aproximadamente un 0,05 % en peso del aglutinante.

45 Una composición de polvo metalúrgico particularmente preferida de la invención comprende, además de al menos un 90 % en peso de un polvo metalúrgico basado en hierro, aproximadamente un 0,1 % en peso de estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2, o etilen bis esteramida, preferentemente estearato de litio o etilen bis-esteramida; aproximadamente un 0,05 % en peso de la primera cera, preferentemente cera de Montana; aproximadamente un 0,05 % en peso de la segunda cera, preferentemente cera de carnaúba; aproximadamente un 50 0,05 % en peso de fosfato de cinc; de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de ácido bórico; de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de ácido acético; de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de ácido fosfórico; y de aproximadamente un 0,03 % en peso a aproximadamente un 0,1 % en peso de poli(alcohol vinílico), éster de celulosa o polivinilpirrolidona.

55 Dentro del alcance de la invención, los componentes de las composiciones de polvo metalúrgico se pueden añadir de manera conjunta, se pueden combinar y/o se pueden unir unos a otros. Por ejemplo, la primera y segunda ceras se pueden unir a las composiciones de polvo metalúrgico o se pueden añadir tras la unión final de las composiciones de polvo metalúrgico.

Las composiciones de polvo metalúrgico de la invención se pueden conformar para dar lugar a una diversidad de formas de producto conocidas por los expertos en la técnica, tales como por ejemplo, la formación de tochos, barras, varillas, alambres, flejes, placas o planchas usando prácticas convencionales.

- 5 Los artículos compactados preparados usando las composiciones de polvo metalúrgico descritas se preparan por medio de compactación de las composiciones de polvo metalúrgico descritas usando técnicas convencionales conocidas por los expertos en la técnica. Generalmente, las composiciones de polvo metalúrgico se compactan a más de 5 toneladas por pulgada cuadrada (tsi) (68,95 MPa). Preferentemente, las composiciones de polvo metalúrgico se compactan de aproximadamente 5 a aproximadamente 200 tsi (de aproximadamente 68,95 MPa a aproximadamente 2.758 MPa), y más preferentemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 60 tsi (de aproximadamente 413,7 MPa a aproximadamente 827,4 MPa). El compacto prensado resultante se puede sinterizar. Preferentemente, se usa una temperatura de sinterización de al menos 2000 °F (1093,3 °C), preferentemente al menos aproximadamente 2200 °F (1200 °C), más preferentemente al menos aproximadamente 2250 °F (1230 °C), e incluso más preferentemente al menos aproximadamente 2300 °F (1260 °C). La operación de sinterización también se puede llevar a cabo a temperaturas más bajas, tales como al menos 2100 °F (1148,9 °C).
- 10
- 15 Típicamente, las piezas sinterizadas tienen una densidad de al menos aproximadamente 6,6 g/cm³, preferentemente al menos aproximadamente 6,68 g/cm³, más preferentemente al menos aproximadamente 7,0 g/cm³, más preferentemente de aproximadamente 7,15 g/cm³ a aproximadamente 7,38 g/cm³. Aún más preferentemente, las piezas sinterizadas tienen una densidad de al menos aproximadamente 7,4 g/cm³. Las densidades de 7,50 g/cm³ también se logran usando las composiciones de polvo metalúrgico de la invención.
- 20 Los expertos en la técnica apreciarán que se pueden llevar a cabo numerosos cambios y modificaciones en las realizaciones preferidas de la invención y que dichos cambios y modificaciones se pueden llevar a cabo sin apartarse del espíritu de la invención. Los siguientes ejemplos describen de forma adicional las composiciones de polvo metalúrgico.

Ejemplos

25 **Ejemplo 1: Preparación de una composición de polvo metalúrgico**

- Se mezcló polvo de hierro ANCORSTEEL (Hoeganaes Corp., Cinnaminson, NJ) con fosfato de cinc (0,05 % en peso), polvo de ácido bórico (un 0,05 % en peso), ácido acético (un 0,05 % en peso), ácido fosfórico (un 0,05 % en peso) y poli(alcohol vinílico) ("PVAC"), éster de celulosa o polivinilpirrolidona (un 0,05 % en peso, disuelto en acetona). Se eliminó la acetona por medio de evacuación a vacío para formar una masa unida de polvo. Se mezcló
- 30 cera de Montana (un 0,05 % en peso), cera de carnaúba (un 0,05 % en peso), estearato de litio (un 0,10 % en peso) y óxido de hierro (Fe₃O₄, un 0,03 % en peso) en la masa de polvo unido para formar una composición de polvo metalúrgico de la invención.

Ejemplo 2: Compactación de la composición de polvo metalúrgico

- Se compactó la composición de polvo metalúrgico del Ejemplo 1 a 60 tsi (827,4 MPa) a una temperatura de troquel de 120 °C. El compacto resultante tuvo una densidad de 7,50 g/cm³.
- 35

Ejemplo 3: Características de eyección

- Se sometieron a ensayo las características de eyección de un artículo compactado preparado a partir de la composición de polvo metalúrgico de la invención que comprende un 0,1 % en peso de estearato de litio, un 0,05 % en peso de cera de Montana, un 0,05 % en peso de cera de carnaúba, un 0,05 % en peso de fosfato de cinc, un 0,05 % en peso de ácido bórico, un 0,05 % en peso de ácido acético, un 0,05 % en peso de ácido fosfórico, un 0,05 % en peso de polivinilpirrolidona, siendo el resto ANCORSTEEL. Se sometieron a ensayo tres temperaturas de compactación para estas composiciones: 200 °F (93,3 °C), 225 °F (107,2 °C) y 250 °F (121,1 °C). También se sometió a ensayo una composición que comprendía ANCORSTEEL y lubricante AncorMax® 200 (Hoeganaes Corp., Cinnaminson, N.J.) con fines de comparación. Los resultados de desplazamiento del fleje se muestran en la Figura
- 40
- 45 1.

- En la Figura 1, se sometieron a ensayo cinco composiciones usando diferentes composiciones de lubricante. Cada composición incluyó Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel elemental y un 0,50 % en peso de grafito con los lubricantes como se muestra a continuación: (1) una composición que incluye un 0,75 % en peso de etilen bis-esteramida a temperatura ambiente; (2) una composición que incluye un 0,40 % en peso de etilen bis-esteramida a temperatura ambiente; (3) una composición que incluye un 0,40 % en peso de etilen bis-esteramida a 200 °F (93,3 °C); (4) una composición que incluye AncorMax200TM (un 0,40 % del lubricante total) a 200 °F (93,3 °C); (5) una composición de la presente invención (un 0,05 % de cera de Montón, un 0,05 % de cera de carnaúba, un 0,05 % de ácido bórico, un 0,05 % de fosfato de cinc, un 0,10 % de estearato de litio, un 0,05 % de polivinilpirrolidona, un 0,05 % de ácido fosfórico, un 0,05 % de ácido cítrico) incluyendo un 0,25 % de lubricante total a 225 °F (107,2 °C).
- 50

- Se compactaron las composiciones hasta obtener una muestra de 0,55 pulgadas x 1,0 pulgada (1,397 cm x 2,54 cm) a 55 psi (750 MPa) antes del ensayo.
- 55

En la Figura 1, el pico inicial es la fuerza de separación necesaria para iniciar la eyección, la meseta más baja es la fuerza de deslizamiento o la fuerza necesaria para sostener el movimiento de la pieza compactada para completar la eyección. El pico máximo, es decir, la presión de separación o la presión necesaria para superar la presión estática, es la más baja para la composición de la presente invención. Adicionalmente, el equilibrio de la curva de la Figura 1 es la presión de deslizamiento, es decir, la fuerza necesaria para eyectar la pieza compactada del troquel, es la más baja para la composición de la presente invención. La distancia máxima de eyección para cada composición se mantuvo esencialmente igual (aproximadamente 45 mm) de forma que las curvas se pudieron ajustar directamente con fines de comparación.

Los resultados de la Figura 1 indican que la fuerza de separación de pico para la composición de la invención es menor que usando un lubricante AncorMax 200 o premezclas convencionales que usan Acrawax. Esta tendencia es aplicable para tres temperaturas de compactación sometidas a ensayo. La presión de deslizamiento bien a 200 °F (93,3 °C) o 225 °F (107,2 °C) es menor para la composición de la invención, en comparación con la composición que usa el lubricante AncorMax 200. La densidad compactada para la composición de polvo metalúrgico de la invención es mayor para todas las temperaturas. A 250 °F (121,1 °C), la presión de deslizamiento es únicamente un 10 % mayor que para el lubricante AncorMax 200 pero la densidad aumenta de 7,40 g/cm³ a 7,50 g/cm³. El acabo de superficie para los componentes eyectados es el mismo bajo las cuatro condiciones sometidas a ensayo.

Ejemplo 4: Ejemplos Comparativos

Técnica de unión	Composición de premezcla	Compactación		Temp. Troquel	Densidad	Fleje	Deslizamiento
		TSI	MPa	°F/°C	g/cm ³	Psi/MPa	Psi/MPa
AncorMax 200, K17 aglutinante, ácido acético, ácido bórico, ácido fosfórico, cera de Montana, cera de carnaúba con un 0,25 % orgánica total añadido	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito con estearato de litio	40	552	225/107,2	7,24	2652/18,28	2079/14,33
		50	689	225/107,2	7,40	3037/20,94	2889/19,92
		60	827	225/107,2	7,50	3178/21,91	2721/18,76
AncorMax 200 con un 0,45 % de contenido orgánico total	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito	55	758	200/93,3	7,35	4140/28,54	3050/21,03
Premezcla convencional de composición con un 0,75 % en peso de Acrawax, premezcla convencional	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito	55	758	Ambiente	7,22	4107/28,31	3064/21,13
Premezcla convencional de composición con un 0,45 % en peso de Acrawax, premezcla convencional	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito	55	758	Ambiente	7,29	6080/41,92	4069/28,05
		55	758	200/93,3	7,41	5833/40,22	4104/28,30

(continuación)

Técnica de unión	Composición de premezcla	Compactación		Temp. Troquel	Densidad	Fleje	Deslizamiento
		TSI	MPa	°F/°C	g/cm ³	Psi/MPa	Psi/MPa

ES 2 746 065 T3

AncorMax 200, aglutinante PVAC, ácido acético, ácido bórico, ácido fosfórico, cera de Montana, cera de carnaúba con un 0,25 % de orgánico total añadido	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito con estearato de litio	60	827	225/107,2	7,49	3436/23,69	2530/17,44
AncorMax 200, éster de celulosa, aglutinante, ácido acético, ácido bórico, ácido fosfórico, cera de Montana, cera de carnaúba con un 0,25 % de orgánico total añadido	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito con estearato de litio	55	827	225/107,2	7,45	3759/25,92	2602/17,94
AncorMax 200, aglutinante K17, ácido acético, ácido bórico, ácido fosfórico, cera de Montana, cera de carnaúba con un 0,25 % de orgánico total añadido	Ancorsteel 1000B con un 2 % de níquel y un 0,50 % de grafito con estearato de litio	55	225	225/107,2	7,47	2750/18,96	2700/18,62

Referencias

- Documento de Estados Unidos Publicado N°. Solicitud 2003/0084752
- Documento de Estados Unidos Publicado N°. Solicitud 2003/0193258
- 5 Documento de Estados Unidos Publicado N°. Solicitud 2003/0193260
- Documento de Estados Unidos Publicado N°. Solicitud 2003/0018780
- Documento de Estados Unidos Publicado N°. Solicitud 2003/0092383
- Documento de Estados Unidos Publicado N°. Solicitud 2003/0075619
- Documento de Estados Unidos 7.063.815
- 10 Documento de Estados Unidos 7.666.348
- Documento de Estados Unidos 7.524.352
- Documento de Estados Unidos 6.187.259
- Documento de Estados Unidos 6.051.184
- Documento de Estados Unidos 5.334.341
- 15 Documento de Estados Unidos 5.432.223
- Documento de Estados Unidos 5.069.714

- Documento de Estados Unidos 5.442.341
- Documento de Estados Unidos 5.308.556
- Documento de Estados Unidos 5.286.323
- Documento de Estados Unidos 3.410.684
- 5 Documento de Estados Unidos 3.390.986
- Documento WO 2010/106949
- Documento WO 2010/081667
- Documento WO 2010/041735
- Documento WO 2010/014009
- 10 Documento EP 1119429
- Documento EP 1722910
- Documento EP 1536027
- Documento EP 379583
- Documento JP 2007182593
- 15 Documento JP 2005381347
- Documento JP 03800510
- Documento JP 4614028
- Documento KR 2009072596
- Documento KR 1000702
- 20 Documento KR 962555
- Documento CN 101670438
- Documento CN 101425412
- Documento CN 101417337

REIVINDICACIONES

1. Una composición de polvo metalúrgico que comprende:
 - al menos un 90 % en peso de polvo metalúrgico basado en hierro;
 - un estearato de metal del Grupo 1, un estearato de metal del Grupo 2, o etilen bis-esteramida;
 - una primera cera que tiene un intervalo de fusión entre 80 y 100 °C;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de una segunda cera que tiene un intervalo de fusión de entre 80 y 90 °C;
 - fosfato de cinc;
 - ácido bórico;
 - ácido acético;
 - ácido fosfórico; y
 - un aglutinante.
2. La composición de polvo metalúrgico de la reivindicación 1 que comprende:
 - de un 0,05 % en peso a un 1,5 % en peso de estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2, o etilen bis-esteramida;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de una primera cera que tiene un intervalo de fusión entre 80 y 100 °C;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de una segunda cera que tiene un intervalo de fusión entre 80 y 90 °C;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de fosfato de cinc;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de ácido bórico;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de ácido acético;
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de ácido fosfórico; y
 - de un 0,03 % en peso a un 0,1 % de aglutinante.
3. La composición de polvo metalúrgico de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que la primera cera es cera de Montan y/o la segunda cera es cera de carnaúba.
4. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,08 % a un 1,2 % en peso, en particular de un 0,09 % a un 1,1 % de estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2 o etilen bis-esteramida.
5. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende etilen bis-esteramida.
6. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el estearato de metal del Grupo 1 o el estearato de metal del Grupo 2 es estearato de litio.
7. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de la primera cera.
8. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de la segunda cera.
9. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % en peso a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de fosfato de cinc.
10. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % en peso a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de ácido bórico.
11. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % en peso a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de ácido acético.
12. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % en peso a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de ácido fosfórico.
13. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende de un 0,03 % en peso a un 0,07 % en peso, en particular un 0,05 % en peso de aglutinante.
14. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el aglutinante es poli(alcohol vinílico), éster de celulosa, polivinilpirrolidona o una combinación de los mismos.
15. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el aglutinante es poli(alcohol vinílico).
16. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el aglutinante es éster de celulosa.

17. La composición de polvo metalúrgico de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el aglutinante es polivinilpirrolidona.

18. La composición de polvo metalúrgico de la reivindicación 1, que comprende:

- 5 un 0,1 % en peso de estearato de metal del Grupo 1, estearato de metal del Grupo 2, o etilen bis-esteramida;
un 0,05 de una primera cera;
un 0,05 de una segunda cera;
un 0,05 % en peso de fosfato de cinc;
de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de ácido bórico;
10 de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de ácido acético;
de un 0,03 % en peso a un 0,1 % en peso de ácido fosfórico; y
de un 0,03 % en peso a un 0,1 % de aglutinante.

19. Un procedimiento de fabricación de una pieza metálica que comprende compactar la composición de polvo metalúrgico de la reivindicación 1.

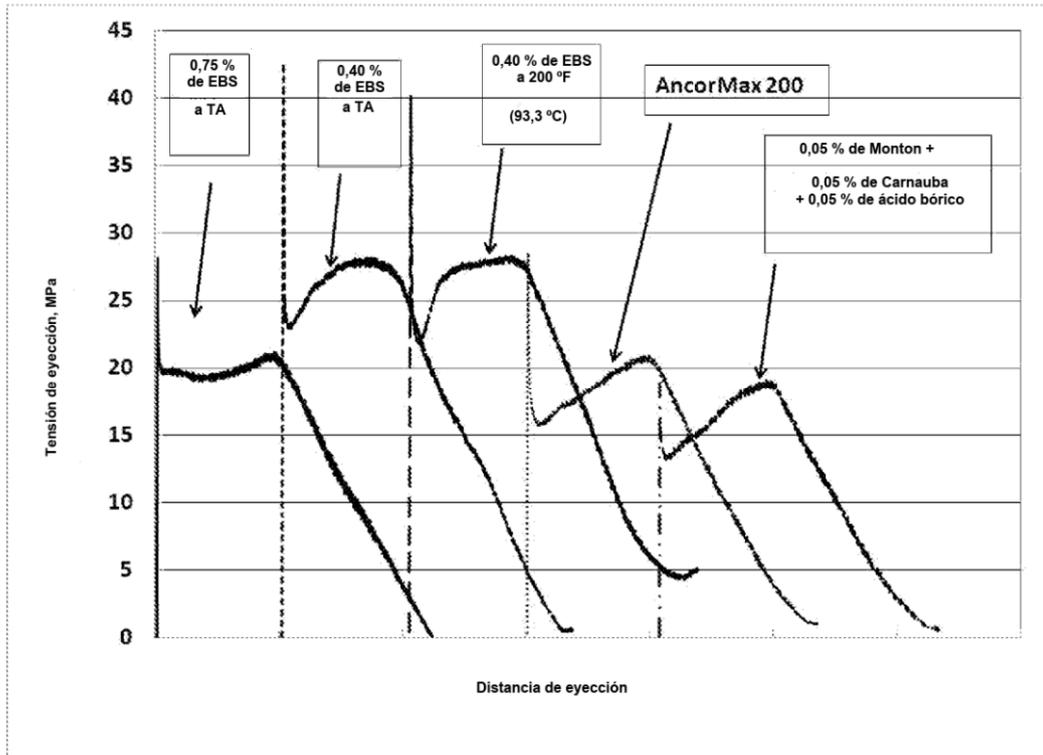


FIG. 1