



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 347 803**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00 (2006.01)

B22F 3/12 (2006.01)

B22F 3/24 (2006.01)

C22C 33/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05733730 .5**

96 Fecha de presentación : **20.04.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1740332**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.01.2007**

54

Título: **Piezas metálicas sinterizadas y método para la fabricación de las mismas.**

30

Prioridad: **21.04.2004 SE 2004101041**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
04.11.2010

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
04.11.2010

73

Titular/es: **Höganäs AB.**
Bruksgatan 35
263 83 Höganäs, SE

72

Inventor/es: **Skoglund, Paul;**
Kejzelman, Mikhail y
Bergmark, Anders

74

Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 347 803 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

Piezas metálicas sinterizadas y método para la fabricación de las mismas.

5 **Campo de la invención**

La invención se refiere a piezas de polvo metálico. Específicamente la invención se refiere a piezas metálicas sinterizadas que tienen una superficie densificada y que son adecuadas para aplicaciones exigentes. La invención también incluye un método de preparación de estas piezas metálicas.

10 **Antecedentes de la invención**

Existen varias ventajas con el uso de métodos pulvimetalúrgicos para producir piezas estructurales en comparación con los procesos de emparejamiento convencionales de acero denso completo. Por tanto, el consumo de energía es mucho menor y la utilización de material es mucho mayor. Otro factor importante a favor de la ruta pulvimetalúrgica es que los componentes con forma de red o con forma parecida a una red pueden producirse directamente tras el proceso de sinterización sin conformación costosa tal como torneado, molienda, taladrado o trituración. Sin embargo, normalmente un material de acero de densidad completa tiene propiedades mecánicas superiores en comparación con componentes de PM (polvo metálico). Por tanto, el reto ha sido aumentar la densidad de componentes de PM con el fin de alcanzar valores tan próximos como sea posible al valor de densidad de un acero de densidad completa.

Un área de crecimiento futuro en la utilización de piezas de polvo metálico que tienen alta densidad se encuentra en la industria del automóvil. De especial interés dentro de este campo es el uso de piezas de polvo metálico en aplicaciones más exigentes, tales como aplicaciones de transmisión de potencia, por ejemplo, ruedas de engranaje. Los problemas con las ruedas de engranaje formadas mediante el proceso de polvo metálico son que las ruedas de engranaje de polvo metálico tienen resistencia a la fatiga por flexión reducida en la región de la base de diente de la rueda de engranaje, y baja resistencia a la fatiga por contacto en el flanco de diente en comparación con engranajes mecanizados a partir de piezas de forja o material en barras. Estos problemas pueden reducirse o incluso eliminarse mediante deformación plástica de la superficie de la región de flanco y base de diente a través de un proceso conocido comúnmente como densificación de superficie. Los productos que pueden usarse para estas aplicaciones exigentes se describen, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. 5711187, 5540883, 5552109, 5729822 y 6171546.

El documento US 5711187 (1990) se refiere particularmente al grado de dureza de superficie que es necesario con el fin de producir ruedas de engranaje que son suficientemente resistentes al desgaste para su uso en aplicaciones de servicio pesado. Según esta patente, la densificación o dureza de superficie debe estar en el intervalo del 90 al 100 por ciento de densidad teórica completa hasta una profundidad de al menos 380 micras y de hasta 1.000 micras. No se dan a conocer detalles específicos con relación al proceso de producción pero se expone que se prefieren los polvos mezclados ya que tienen la ventaja de ser más compresibles, permitiendo que se alcancen densidades mayores en la fase de compactación. Además se expone que los polvos mezclados deben incluir además de hierro y el 0,2% en peso de grafito, el 0,5% en peso de molibdeno, cromo y manganeso, respectivamente.

Un método similar al descrito en la patente de EE.UU. 5711187 se da a conocer en el documento US 5540883 (1994).

Según la patente de EE.UU. 5540883 se producen superficies de apoyo a partir de piezas brutas de polvo metálico mediante la combinación de aleaciones de hierro y carbono y lubricante con polvo de hierro elemental compresible, prensando la mezcla de combinación para formar la pieza bruta de polvo metálico, sinterizando a alta temperatura la pieza bruta en una atmósfera reductora, comprimiendo las piezas brutas de polvo metálico de modo que se produce una capa densificada que tiene una superficie de apoyo, y entonces tratando con calor la capa densificada. El artículo de polvo metálico sinterizado debe tener una composición, en porcentaje en peso, del 0,5 al 2,0% de cromo, del 0 al 1,0% de molibdeno; del 0,1 al 0,6% de carbono, siendo el resto hierro e impurezas en trazas. Se mencionan amplios intervalos con relación a las presiones de compactación. Por tanto se expone que la compactación puede realizarse a presiones de entre 25 y 50 toneladas por pulgada cuadrada (aproximadamente 390-770 MPa).

El documento US 5552109 (1995) se refiere a un proceso para formar un artículo sinterizado que tiene alta densidad. La patente se refiere particularmente a la producción de barras de conexión. Como en la patente de EE.UU. 5711187, no se dan a conocer detalles específicos con relación al proceso de producción en la patente de EE.UU. 5552109 pero se expone que el polvo debe ser un polvo a base de hierro prealeado, que la compactación debe realizarse en una única etapa, que las presiones de compactación pueden variar entre 25 y 50 toneladas por pulgada cuadrada (390-770 MPa) hasta densidades en verde de entre 6,8 y 7,1 g/cm³ y que la sinterización debe realizarse a alta temperatura, particularmente entre 1270 y 1350°C. Se expone que se obtienen productos sinterizados que tienen una densidad mayor que 7,4 g/cm³ y por tanto es obvio que la alta densidad de sinterización es un resultado de la sinterización a alta temperatura.

En el documento US 5729822 (1996) se da a conocer una rueda de engranaje de polvo metálico que tiene una densidad de núcleo de al menos 7,3 g/cm³ y una superficie carburizada endurecida. Los polvos recomendados son los mismos que en las patentes de EE.UU. 5711187 y 5540883, es decir, mezclas obtenidas mediante la combinación de aleaciones de hierro, carbono y lubricante con un polvo de hierro elemental compresible. Con el fin de obtener alta

densidad de núcleo de sinterización la patente menciona el prensado en caliente; doble prensado, doble sinterización; conformación de alta densidad tal como se da a conocer en la patente de EE.UU. 5754937; el uso de lubricación de las paredes de la matriz, en lugar de lubricantes mezclados durante la compactación de polvo y conformación rotatoria tras la sinterización. Se emplean normalmente presiones de compactación de aproximadamente 40 toneladas por pulgada cuadrada (620 MPa).

La densificación de superficie de aceros de PM sinterizados se trata, por ejemplo, en la serie 820234 de Technical Paper (International Congress & Exposition, Detroit, Michigan, 22-26 de febrero de 1982). En este documento se notifica un estudio de laminación de superficie de engranajes sinterizados. Se usaron materiales aleados de Fe-Cu-C y Ni-Mo para el estudio. El documento revela los resultados de una investigación básica sobre la laminación de superficie de piezas sinterizadas a una densidad de 6,6 y 7,1 g/cm³ y la aplicación de la misma a engranajes sinterizados. Los estudios básicos incluyen la laminación de superficie con diferentes diámetros de los rodillos, se lograron los mejores resultados en cuanto a la resistencia con un menor diámetro de rodillo, menor reducción por pase y gran reducción total. Como ejemplo de un material de Fe-Cu-C, se logró una densificación del 90% de la densidad teórica con un rodillo de 30 mm de diámetro hasta una profundidad de 1,1 mm. Se logró el mismo nivel de densificación hasta una profundidad de aproximadamente 0,65 mm para un rodillo de 7,5 mm de diámetro. Sin embargo, el rodillo de diámetro pequeño pudo aumentar la densificación hasta aproximadamente la densidad completa en la superficie mientras que el rodillo de diámetro grande aumentó la densidad hasta aproximadamente el 96% en la superficie. La técnica de laminación de superficie se aplicó a engranajes sinterizados de bombas de aceite y engranajes sinterizados de cigüeñal. En un artículo en Modern Developments in Powder Metallurgy, volumen 16, págs. 33-48, 1984 (de la International PM Conference, 17-22 de junio de 1984, Toronto, Canadá), los autores han investigado la influencia del granallado, carbonitruración y combinaciones de los mismos sobre el límite de fatiga de aleaciones sinterizadas de Fe + 1,5% de Cu y Fe + 2% de Cu + 2,5% de Ni. La densidad notificada de estas aleaciones era de 7,1 y 7,4 g/cm³. Tanto una evaluación teórica del proceso de laminación de superficie como una prueba de fatiga por flexión de piezas laminadas en superficie se publican en un artículo en Horizon of Powder Metallurgy parte I, págs. 403-406, Proceedings of the 1986 (International Powder Metallurgy Conference and Exhibition, Dusseldorf, 7-11 de julio de 1986).

Según la técnica anterior se han sugerido muchas rutas diferentes con el fin de alcanzar una alta densidad de sinterización de un componente pulvimetalúrgico. Sin embargo, los procesos sugeridos incluyen todas etapas que añaden costes adicionales. Por tanto, la compactación en caliente y la lubricación de las paredes de la matriz promueven una alta densidad en verde. El doble prensado y la doble sinterización dan como resultado una alta densidad de sinterización y la contracción como resultado de la sinterización a alta temperatura también da como resultado una alta densidad de sinterización.

Además, para aplicaciones de alta carga tales como ruedas de engranaje, han de tenerse en cuenta precauciones especiales con respecto al tamaño de poro y la morfología de poro con el fin de lograr propiedades de fatiga suficientes. Por tanto, un método sencillo y rentable para la preparación de ruedas de engranaje y productos similares con una alta densidad de sinterización y resistencia mecánica, independientemente de la morfología y el tamaño de poro, sería atractivo y el objetivo principal de la presente invención.

Dizdar y otros "Process, Quality and Properties of High-Density P/M Gears", PM²TEC2003, Las Vegas, dan a conocer un componente de P/M compactado hasta 7,6 g/cm³ producido mediante una operación de compactación a alta velocidad, prensado único y sinterización única. También se da a conocer que los engranajes de P/M pueden densificarse en superficie.

Sumario de la invención

En resumen, se ha descubierto ahora que las piezas de polvo metálico son aplicaciones más exigentes, tales como las aplicaciones de transmisión de potencia, por ejemplo, ruedas de engranaje, pueden obtenerse sometiendo un polvo a base de hierro o de hierro a compactación uniaxial a una presión superior a 700 MPa hasta una densidad superior a 7,35 g/cm³, sinterizando el producto verde obtenido y sometiendo el producto sinterizado a un proceso de densificación. Un rasgo característico del núcleo de la pieza metálica según la invención es la estructura de poros, que se distingue por poros comparativamente grandes.

Según un aspecto de la presente invención, se proporciona una pieza metálica sinterizada que tiene una superficie densificada, una densidad de sinterización de al menos 7,35 g/cm³ y una estructura de núcleo que se distingue por la estructura de poros obtenida mediante prensado único hasta al menos 7,35 g/cm³ y sinterización única de una mezcla de un polvo a base de hierro o de hierro grueso y aditivos opcionales; caracterizada porque el núcleo de la pieza metálica tiene una estructura de poros en la que al menos el 50% del área de poros en una sección transversal consiste en poros que tienen un área de poro de al menos 100 μm², y porque el polvo a base de hierro o de hierro tiene un tamaño de partícula de manera que como máximo el 10% de las partículas son menores que 45 μm, y porque la pieza densificada en superficie se densifica hasta una profundidad de al menos 0,1 mm.

Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir piezas de polvo metálico que tienen una superficie densificada, que comprende las etapas de: compactar uniaxialmente un polvo a base de hierro o de hierro que tiene partículas gruesas hasta una densidad superior a 7,35 g/cm³ en una única etapa de compactación a una presión de compactación de al menos 700 MPa, en la que el polvo a base de hierro o de hierro tiene un tamaño de partícula de manera que como máximo el 10% de las partículas son menores que 45 μm; someter las piezas a

sinterización en una única etapa a una temperatura de al menos 1100°C hasta una densidad de al menos 7,35 g/m³, mediante lo cual el núcleo de las piezas sinterizadas tiene una estructura de poros en la que al menos el 50% del área de poros en una sección transversal consiste en poros que tienen un área de poro de al menos 100 μm²; y someter las piezas a un proceso de densificación de superficie en el que las piezas densificadas en superficie se densifican hasta una profundidad de al menos 0,1 mm.

Los niveles de densidad anteriores se refieren a productos basados en polvo de hierro puro o de baja aleación.

Descripción detallada de la invención

Tipos de polvos

Polvos metálicos adecuados que pueden usarse como materiales de partida para el proceso de compactación son polvos preparados a partir de metales tales como hierro. Pueden añadirse elementos de aleación tales como carbono, cromo, manganeso, molibdeno, cobre, níquel, fósforo, azufre etc., como partículas, prealeadas o aleadas por difusión con el fin de modificar las propiedades del producto de sinterización final. Los polvos a base de hierro pueden seleccionarse del grupo que consiste en polvos de hierro sustancialmente puro, partículas a base de hierro prealeadas, partículas de hierro a base de hierro aleadas por difusión y mezcla de partículas de hierro o partículas a base de hierro y elementos de aleación. Con respecto a la forma de partícula, se prefiere que las partículas tengan una forma irregular ya que se obtiene mediante atomización con agua. Pueden ser de interés también polvos de hierro esponjoso que tienen partículas con forma irregular.

Con respecto a las piezas de PM para aplicaciones de alta exigencia, se han obtenido resultados especialmente prometedores con polvos atomizados con agua prealeados que incluyen bajas cantidades, tales como de hasta el 5%, de uno o más de los elementos de aleación Mo y Cr. Ejemplos de tales polvos son polvos que tienen una composición química que corresponde a la composición química de Astaloy Mo (1,5% de Mo) y Astaloy 85 Mo (0,85% de Mo) así como Astaloy CrM (3 de Cr, 0,5 de Mo) y Astaloy CrL (1,5 de Cr, 0,2 de Mo) de Höganäs AB, Suecia.

Un rasgo crítico de la invención es que el polvo usado tiene partículas gruesas es decir el polvo carece esencialmente de partículas finas. La expresión “carece esencialmente de partículas finas” pretende significar que menos de aproximadamente el 10%, preferiblemente menos del 5% de las partículas de polvo tienen un tamaño inferior a 45 μm cuando se mide mediante el método descrito en la norma SS-EN 24 497. El diámetro medio de partícula es normalmente de entre 75 y 300 μm. La cantidad de partículas mayor que 212 μm es normalmente superior al 20%. El tamaño de partícula máximo puede ser de aproximadamente 2 mm.

El tamaño de las partículas a base de hierro normalmente usadas dentro de la industria de PM se distribuye según una curva de distribución gaussiana con un diámetro medio de partícula en la región de 30 a 100 μm y aproximadamente el 10-30% de las partículas son menores que 45 μm. Por tanto, los polvos usados según la presente invención tienen una distribución de tamaño de partícula que se desvía de la usada normalmente. Estos polvos pueden obtenerse eliminando las fracciones más finas del polvo o mediante la fabricación de un polvo que tiene la distribución de tamaño de partícula deseada.

Por tanto, para los polvos mencionados anteriormente, una distribución de tamaño de partícula adecuada para un polvo que tiene una composición química que corresponde a la composición química de Astaloy 85 Mo podría ser de manera que como máximo el 5% de las partículas deben ser menores que 45 μm y el diámetro medio de partícula es normalmente de entre 106 y 300 μm. Los valores correspondientes para un polvo que tiene una composición química que corresponde a Astaloy CrL son de forma adecuada de manera que menos del 5% deben ser menores que 45 μm y el diámetro medio de partícula es normalmente de entre 106 y 212 μm.

Con el fin de obtener piezas metálicas sinterizadas que tienen propiedades mecánicas de sinterización satisfactorias según la presente invención, puede ser necesario añadir grafito a la mezcla de polvo que va a compactarse. Por tanto, podría añadirse grafito en cantidades de entre el 0,1-1, preferiblemente el 0,2-1,0, más preferiblemente el 0,2-0,7% y lo más preferiblemente el 0,2-0,5% en peso de la mezcla total antes de la compactación. Sin embargo, para ciertas aplicaciones no es necesaria la adición de grafito.

El polvo a base de hierro también puede combinarse con un lubricante antes de que se transfiera a la matriz (lubricación interna). El lubricante se añade con el fin de minimizar la fricción entre las partículas de polvo metálico y entre las partículas y la matriz durante una etapa de compactación o prensado. Ejemplos de lubricantes adecuados son, por ejemplo, estearatos, ceras, ácidos grasos y derivados de los mismos, oligómeros, polímeros y otras sustancias orgánicas con efecto lubricante. Los lubricantes pueden añadirse en forma de partículas pero también pueden estar unidas y/o recubrir las partículas.

Preferiblemente, un recubrimiento lubricante de un compuesto de silano del tipo dado a conocer en el documento WO 2004/037467 se incluye en la mezcla de polvo. Específicamente, el compuesto de silano puede ser un alquilalcoxi o poliéteralcoxisilano, en el que el grupo alquilo del alquilalcoxisilano y la cadena de poliéter del poliéteralcoxisilano incluyen entre 8 y 30 átomos de carbono, y el grupo alcoxi incluye 1-3 átomos de carbono. Ejemplos de tales compuestos son octil-tri-metoxisilano, hexadecil-tri-metoxisilano y poli(éter de etileno)-tri-metoxisilano con 10 grupos éter de etileno.

ES 2 347 803 T3

Según la presente invención, la cantidad de lubricante añadida al polvo a base de hierro puede variar entre el 0,05 y el 0,6%, preferiblemente entre el 0,1-0,5% en peso de la mezcla.

5 Como aditivos opcionales pueden añadirse fases duras, agentes de unión, agentes que mejoran la maquinabilidad y agentes que mejoran la fluidez.

Compactación

10 La compactación convencional a altas presiones, es decir presiones superiores a 600 MPa con polvos usados de manera convencional que incluyen partículas más finas, mezclados con bajas cantidades de lubricantes (menos del 0,6% en peso) se considera generalmente inadecuada debido a las altas fuerzas requeridas con el fin de expulsar los materiales compactados de la matriz, el alto desgaste de la matriz asociado y el hecho de que las superficies de los componentes tienden a ser menos brillantes o deteriorarse. Mediante el uso de los polvos según la presente invención se ha descubierto de manera inesperada que la fuerza de expulsión se reduce a altas presiones y que también pueden 15 obtenerse componentes que tienen superficies aceptables o incluso perfectas cuando no se usa la lubricación de las paredes de la matriz.

La compactación puede realizarse con equipo normalizado, lo que significa que el nuevo método puede realizarse sin caras inversiones. La compactación se realiza uniaxialmente en una única etapa a temperatura ambiente o elevada. 20 Preferiblemente, las presiones de compactación son superiores a aproximadamente 700, más preferiblemente superiores a 800 y lo más preferiblemente superiores a 900 o incluso 1000 MPa. Con el fin de conseguir las ventajas de la presente invención, la compactación debe realizarse preferiblemente hasta densidades superiores a 7,45 g/cm³.

Sinterización

25 Puede usarse cualquier horno de sinterización convencional y los tiempos de sinterización pueden variar entre aproximadamente 15 y 60 minutos. La atmósfera del horno de sinterización puede ser una atmósfera de endogas, una mezcla entre hidrógeno y nitrógeno o a vacío. Las temperaturas de sinterización pueden variar entre 1100 y 1350°C. Se obtienen los mejores resultados con temperaturas de sinterización superiores a aproximadamente 1250°C. 30 En comparación con los métodos que implican doble prensado y doble sinterización, el método según la presente invención tiene la ventaja de que se eliminan una etapa de prensado y una etapa de sinterización y pueden obtenerse todavía densidades de sinterización superiores a 7,64 g/cm³.

Estructura

35 Un rasgo característico del núcleo de la pieza metálica sinterizada y en verde de alta densidad es la presencia de grandes poros. Por tanto, como ejemplo, en una sección transversal del núcleo de una pieza metálica sinterizada según la invención, al menos aproximadamente el 50% del área de poros consiste en poros que tienen un área de poro de al menos 100 μm^2 , mientras que, en una sección transversal de un núcleo preparado a partir de un polvo normal correspondiente (es decir, un polvo que incluye cantidades normales de partículas finas que ha de someterse a doble 40 prensado y doble sinterización con el fin de alcanzar la misma densidad), al menos aproximadamente el 50% del área de poros consiste en poros que tienen un área de poro de aproximadamente 65 μm^2 .

Densificación de superficie

45 La densificación de superficie puede realizarse mediante laminación radial o axial, granallado, dimensionamiento, etc. Un método preferido es la laminación radial ya que este método proporciona tiempos de ciclo cortos en combinación con una gran profundidad de densificación. Las piezas de polvo metálico obtendrán mejores propiedades mecánicas con una profundidad de densificación creciente. La profundidad de densificación es de preferiblemente al menos 0,1 mm, preferiblemente al menos 0,2 mm y lo más preferiblemente al menos 0,3 mm. 50

En este contexto debe recordarse que normalmente la presencia de grandes poros en piezas sinterizadas se considera como un inconveniente y se toman diferentes medidas con el fin de hacer que los poros sean más pequeños y más redondeados. Sin embargo, según la presente invención, se ha descubierto sorprendentemente que el efecto negativo 55 de la cantidad comparativamente alta de poros más grandes puede eliminarse totalmente mediante un proceso de densificación de superficie. Por tanto, cuando se compara el efecto de densificación de superficie sobre la resistencia a la fatiga por flexión de muestras sinterizadas que contienen poros más grandes en el núcleo con el efecto sobre muestras que contienen poros más pequeños, se ha descubierto que el proceso de densificación de superficie aumenta la resistencia a la fatiga por flexión hasta un grado mucho mayor cuando las muestras se producen a partir de polvo metálico 60 con la distribución de tamaño de partícula tratada anteriormente. Tras el proceso de densificación de superficie, la resistencia a la fatiga por flexión de muestras producidas a partir de estos polvos alcanzará sorprendentemente el mismo nivel que la de muestras densificadas en superficie que se producen a partir de polvos que tienen una distribución de tamaño de partícula normal (dada la misma composición química y el mismo nivel de densidad de sinterización). Por consiguiente, ya que puede alcanzarse una alta densidad de sinterización en un proceso de prensado único y sinterización única, pueden evitarse procesos costosos, tales como doble prensado, doble sinterización, compactación en caliente, utilizando el método según la presente invención para la producción de, por ejemplo, ruedas de engranaje. 65

ES 2 347 803 T3

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra la resistencia a la fatiga por flexión antes y después del proceso de densificación de superficie de muestras producidas a partir de las mezclas 1A y 1B según el ejemplo 1.

La figura 2 es una micrografía óptica de una sección transversal de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 1A.

La figura 3 es una micrografía óptica de una sección transversal de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 1B.

La figura 4 muestra la resistencia a la fatiga por flexión antes y después del proceso de densificación de superficie de muestras producidas a partir de las mezclas 2C y 2D según el ejemplo 2.

La figura 5 es una micrografía óptica de una sección transversal de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 2C.

La figura 6 es una micrografía óptica de una sección transversal de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 2D.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

Se usaron los siguientes polvos a base de hierro:

Polvo A

Astaloy 85 Mo, un polvo a base de hierro prealeado, atomizado con un contenido en Mo del 0,80-0,95%, un contenido en carbono de como máximo el 0,02% y un contenido en oxígeno de como máximo el 0,20%. La distribución de tamaño de partícula del polvo A es similar a la distribución de tamaño de partícula para el polvo usado normalmente en pulvimetalurgia; aproximadamente el 0% mayor que 250 μm , aproximadamente el 15-25% entre 150 y 250 μm y aproximadamente del 15 al 30% menor que 45 μm .

Polvo B

La misma composición química que el polvo A pero con una distribución de tamaño de partícula más gruesa según la tabla a continuación:

Tamaño de partícula μm	% en peso
>500	0
425-500	1,9
300-425	20,6
212-300	27,2
150-212	20,2
106-150	13,8
75-106	6,2
45-75	0,9
< 45	4,2

Polvo C

Astaloy CrL, un polvo a base de hierro prealeado con Mo, Cr, atomizado con un contenido en Cr del 1,35-1,65%, un contenido en Mo del 0,17-0,27%, un contenido en carbono de como máximo el 0,010% y un contenido en oxígeno de como máximo el 0,25%. La distribución de tamaño de partícula del polvo C es similar a la distribución de tamaño de partícula para el polvo normalmente usado en pulvimetalurgia; aproximadamente el 0% mayor que 250 μm , aproximadamente el 15-25% entre 150 y 212 μm y aproximadamente del 10 al 25% menor que 45 μm .

ES 2 347 803 T3

Polvo D

La misma composición química que el polvo C pero con una distribución de tamaño de partícula más gruesa según la tabla a continuación:

Tamaño de partícula μm	% en peso
>500	0
425-500	0,2
300-425	7,4
212-300	21,9
150-212	25,1
106-150	23,4
75-106	11,2
45-75	7,1
< 45	3,7

Ejemplo 1

Se prepararon dos mezclas, mezcla 1A y mezcla 1B mezclando rigurosamente antes de la compactación.

La mezcla 1A se basaba en el polvo A con una adición del 0,2% en peso de grafito y el 0,8% en peso de cera H.

La mezcla 1B se basaba en el polvo B con una adición del 0,2% en peso de grafito y el 0,2% en peso de hexadeciltrimetoxisilano.

Se compactaron probetas de ensayo de resistencia FS según la norma ISO 3928.

Se compactaron probetas de ensayo basadas en la mezcla 1A hasta una densidad en verde de $7,1 \text{ g/cm}^3$ y se presinterizaron a 780°C durante 30 minutos en una atmósfera del 90% de nitrógeno y el 10% de hidrógeno. Tras la sinterización, se sometieron las muestras a una segunda compactación a una presión de 1100 MPa y finalmente se sinterizaron a 1280°C durante 30 minutos en una atmósfera del 90% de nitrógeno y el 10% de hidrógeno. Se midió la densidad de sinterización hasta $7,61 \text{ g/cm}^3$.

Se compactó la muestra preparada a partir de la mezcla 1B en un único proceso de compactación a 1100 MPa, posteriormente se sinterizó a 1280°C durante 30 minutos en una atmósfera del 90% de nitrógeno y el 10% de hidrógeno. La densidad de sinterización era de $7,67 \text{ g/cm}^3$.

Los resultados se resumen en la tabla 1 a continuación.

TABLA 1

MEZCLA	POLVO	Presión MPa/GD	Sinterización $^\circ\text{C}$	Presión MPa	Sinterización $^\circ\text{C}$	SD g/cm^3
1A	Astaloy 85 0,80-0,95 de Mo 0,2 de grafito normalizado	7,1	780	1100	1280	7,61
1B	Astaloy 85 0,80-0,95 de Mo 0,2 de grafito grueso			1100	1280	7,67

La mitad del número de los cuerpos sinterizados obtenidos se sometieron a un proceso de densificación de superficie mediante granallado a presión de aire de 6 bares con esferas de acero con un diámetro de 0,4 mm.

ES 2 347 803 T3

Tanto las muestras densificadas en superficie como las muestras no sometidas a un proceso de densificación de superficie se cementaron en caja a 920°C durante 75 minutos a un potencial de carbono del 0,8% seguido por una operación de templado a 200°C durante 120 minutos.

Se determinó el límite de fatiga por flexión (BFL) para todas las muestras.

La figura 1 muestra el límite de fatiga por flexión tanto para las muestras densificadas en superficie como para las muestras que no se sometieron a densificación de superficie.

A partir de la figura 1 puede concluirse que la densificación de superficie de las muestras producidas con el polvo más grueso contribuye a un aumento mucho mayor de BFL en comparación con el aumento de BFL que se obtuvo mediante la densificación de superficie de las muestras producidas con un polvo que tiene una distribución de tamaño de partícula convencional.

La figura 2 es una micrografía óptica que muestra una sección transversal de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 1A y la figura 3 es una micrografía similar de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 1B.

El análisis de imágenes según la norma ASTM E 1245 de la sección transversal de muestras densificadas en superficie producidas a partir de la muestra 1A muestra que aproximadamente el 50% del área de poros en sección transversal total consiste en poros que tienen un área superficial de $65 \mu\text{m}^2$ o más, mientras que la misma medición de muestras densificadas en superficie producidas a partir de la mezcla 1B muestra que aproximadamente el 50% del área en sección transversal total consiste en poros que tienen un área superficial de $200 \mu\text{m}^2$ o más.

Ejemplo 2

Se prepararon dos mezclas, mezcla 2C y mezcla 2D mezclando rigurosamente antes de la compactación.

La mezcla 2C se basaba en el polvo C con una adición del 0,7% de polvo de níquel, el 0,2% en peso de grafito y el 0,8% en peso de cera H.

La mezcla 2D se basaba en el polvo D con una adición del 0,7% de polvo de níquel, el 0,2% de grafito y el 0,2% de hexadecil-tri-metoxisilano.

Se prepararon probetas de ensayo de resistencia FS según la norma ISO 3928.

Se compactaron probetas de ensayo basadas en la mezcla 2C hasta una densidad en verde de $7,1 \text{ g/cm}^3$ y se presinterizaron a 780°C durante 30 minutos en una atmósfera del 90% de nitrógeno y el 10% de hidrógeno. Tras la sinterización, se sometieron las muestras a una segunda compactación a una presión de 1100 MPa y finalmente se sinterizaron a 1280°C durante 30 minutos en una atmósfera del 90% de nitrógeno y el 10% de hidrógeno. Se midió la densidad de sinterización hasta $7,63 \text{ g/cm}^3$.

Se compactaron las probetas de ensayo preparadas a partir de la mezcla 2D en un único proceso de compactación a 1100 MPa seguido por sinterización a 1280°C durante 30 minutos en una atmósfera del 90% de nitrógeno y el 10% de hidrógeno. Se midió la densidad de sinterización hasta $7,64 \text{ g/cm}^3$.

Los resultados se resumen en la tabla 3 a continuación.

TABLA 3

MEZCLA	POLVO	Presión MPa/GD	Sinterización °C	Presión MPa	Sinterización °C	SD g/cm ³
2C	CRL normalizado 1,35-1,65 de Cr 0,17-0,27 de Mo+0,7% de Ni	7,1	780	1100	1280	7,63
2D	CRL grueso 1,35-1,65 de Cr 0,17-0,27 de Mo+0,7% de Ni			1200	1280	7,64

ES 2 347 803 T3

La mitad del número de los cuerpos sinterizados obtenidos se sometieron a un proceso de densificación de superficie mediante granallado a presión de aire de 6 bares con esferas de acero con un diámetro de 0,4 mm.

5 Tanto las muestras densificadas en superficie como las muestras no sometidas a un proceso de densificación de superficie se cementaron en caja a 920°C durante 75 minutos a un potencial de carbono del 0,8% seguido por una operación de templado a 200°C durante 120 minutos.

Se determinó el límite de fatiga por flexión (BFL) para todas las muestras.

10 La figura 5 muestra el límite de fatiga por flexión tanto para las muestras densificadas en superficie como para las muestras que no se sometieron a densificación de superficie.

15 A partir de la figura 5 puede concluirse que la densificación de superficie de las muestras producidas con el polvo más grueso contribuye a un aumento mucho mayor de BFL en comparación con el aumento de BFL que se obtuvo mediante la densificación de superficie de las muestras producidas con un polvo que tiene una distribución de tamaño de partícula convencional.

20 La figura 6 es una micrografía óptica que muestra una sección transversal de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 2C y la figura 7 es una micrografía similar de una muestra densificada en superficie preparada a partir de la mezcla 2D.

25 El análisis de imágenes según la norma ASTM E 1245 de sección transversal de muestras densificadas en superficie producidas a partir de la muestra 2C muestra que aproximadamente el 50% del área de poros en sección transversal total consiste en poros que tienen un área superficial de $50 \mu\text{m}^2$ o más, mientras que la misma medición de muestras densificadas en superficie producidas a partir de la mezcla 2D muestra que aproximadamente el 50% del área en sección transversal total consiste en poros que tienen un área superficial de $110 \mu\text{m}^2$ o más.

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Una pieza metálica sinterizada que tiene una superficie densificada, una densidad de sinterización de al menos 7,35 g/cm³ y una estructura de núcleo que se distingue por la estructura de poros obtenida mediante prensado único hasta al menos 7,35 g/cm³ y sinterización única de una mezcla de un polvo a base de hierro o de hierro grueso y aditivos opcionales; **caracterizada** porque el núcleo de la pieza metálica tiene una estructura de poros en la que al menos el 50% del área de poros en una sección transversal consiste en poros que tienen un área de poro de al menos 100 μm², porque el polvo a base de hierro o de hierro tiene un tamaño de partícula de manera que como máximo el 10% de las partículas son menores que 45 μm, y porque la pieza densificada en superficie se densifica hasta una profundidad de al menos 0,1 mm.

2. Pieza metálica de acuerdo con la reivindicación 1, en la que las densidades en verde y de sinterización son de al menos 7,45, preferiblemente de al menos 7,5 g/cm³.

3. Método para producir piezas de polvo metálico que tienen una superficie densificada, que comprende las etapas de:

- compactar uniaxialmente un polvo a base de hierro o de hierro que tiene partículas gruesas hasta una densidad superior a 7,35 g/cm³ en una única etapa de compactación a una presión de compactación de al menos 700 MPa, en la que el polvo a base de hierro o de hierro tiene un tamaño de partícula de manera que como máximo el 10% de las partículas son menores que 45 μm;

- someter las piezas a sinterización en una única etapa a una temperatura de al menos 1100°C hasta una densidad de al menos 7,35 g/cm³, mediante lo cual el núcleo de las piezas sinterizadas tiene una estructura de poros en la que al menos el 50% del área de poros en una sección transversal consiste en poros que tienen un área de poro de al menos 100 μm²; y

- someter las piezas a un proceso de densificación de superficie en el que las piezas densificadas en superficie se densifican hasta una profundidad de al menos 0,1 mm.

4. Método de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el polvo incluye aditivos de aleación en una cantidad de hasta el 5% en peso.

5. Método de acuerdo con la reivindicación 4, en el que los aditivos de aleación se seleccionan del grupo que consiste en al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en grafito, cromo, molibdeno, manganeso, níquel y cobre.

6. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-5, en el que el polvo incluye un lubricante.

7. El método de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el lubricante es un organosilano seleccionado del grupo que consiste en alquilalcoxi o poliéteralcoxisilano, en el que el grupo alquilo del alquilalcoxisilano y la cadena de poliéter del poliéteralcoxisilano incluyen entre 8 y 30 átomos de carbono, y el grupo alcoxi incluye 1-3 átomos de carbono.

8. El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el organosilano se selecciona del grupo que consiste en octil-tri-metoxisilano, hexadecil-tri-metoxisilano y poli(éter de etileno)-trimetoxisilano con 10 grupos éter de etileno.

9. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-8, en el que el polvo a base de hierro es un polvo atomizado con agua, prealeado.

10. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-9, en el que el polvo a base de hierro tiene un tamaño de partícula de manera que como máximo el 5% de las partículas son menores que 45 μm.

11. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-10, en el que la compactación se realiza a una presión de al menos 800 MPa, más preferiblemente de al menos 900 MPa y lo más preferiblemente de al menos 1000 MPa.

12. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-11, en el que la sinterización se realiza a una temperatura de al menos 1200°C, preferiblemente de al menos 1250°C.

13. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-12, en el que las piezas compactadas se sinterizan durante un tiempo de 15 a 60 minutos.

14. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-13, en el que las piezas compactadas se sinterizan en una atmósfera de endogas, una mezcla entre hidrógeno y nitrógeno o a vacío.

ES 2 347 803 T3

15. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-14, en el que la densificación de superficie se realiza mediante laminación.

5 16. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-15, en el que las piezas densificadas en superficie se densifican hasta una profundidad de al menos 0,2 mm, preferiblemente de al menos 0,3 mm.

17. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3-16, en el que las piezas de polvo metálico producidas son engranajes, cojinetes, rodillos, ruedas dentadas, árboles.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Figura 1

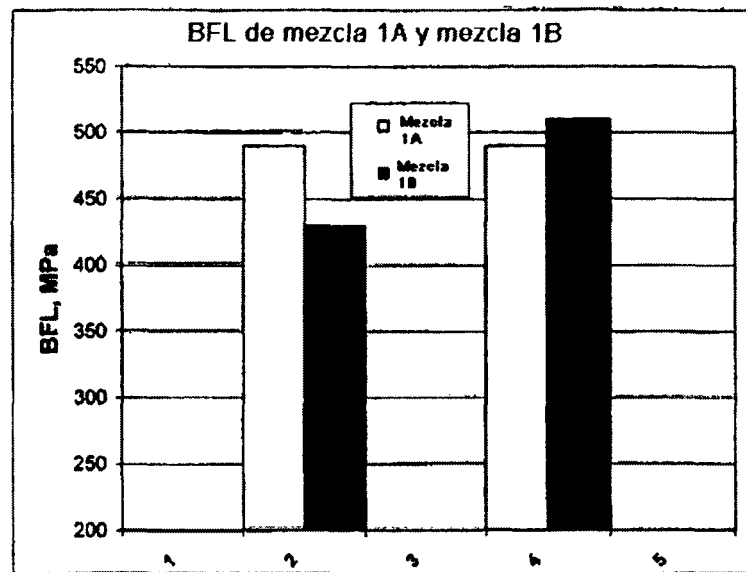


Figura 2

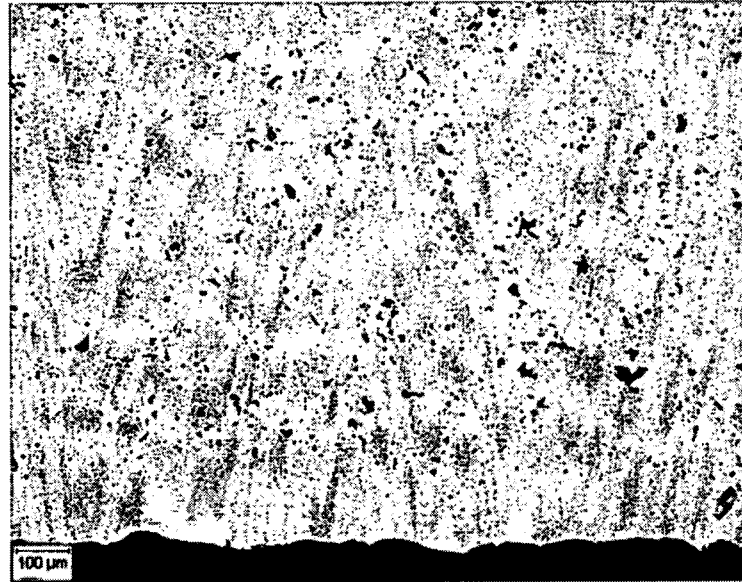


Figura 3

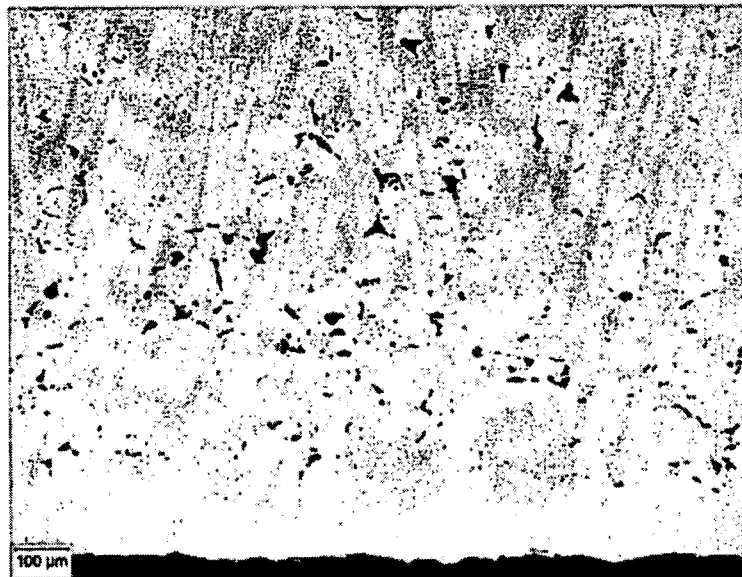


Figura 4

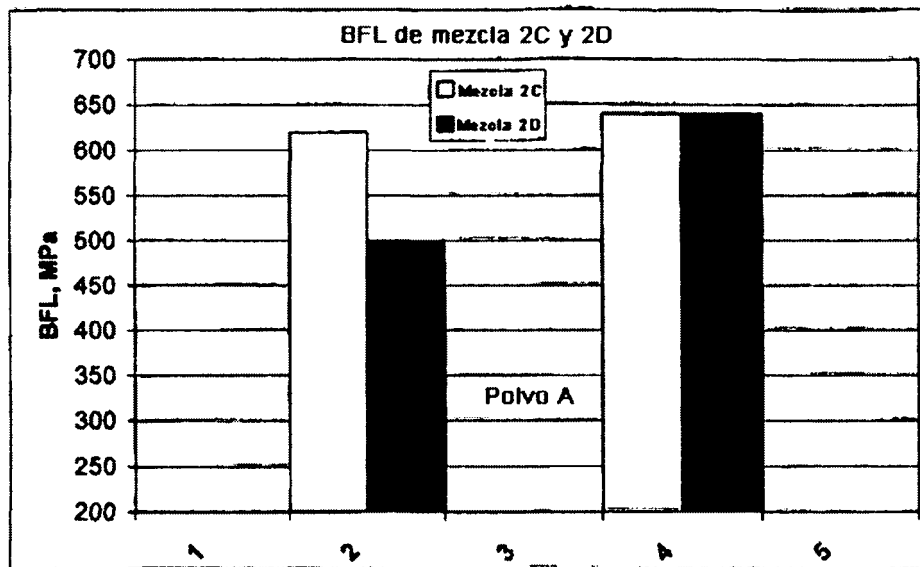


Figura 5

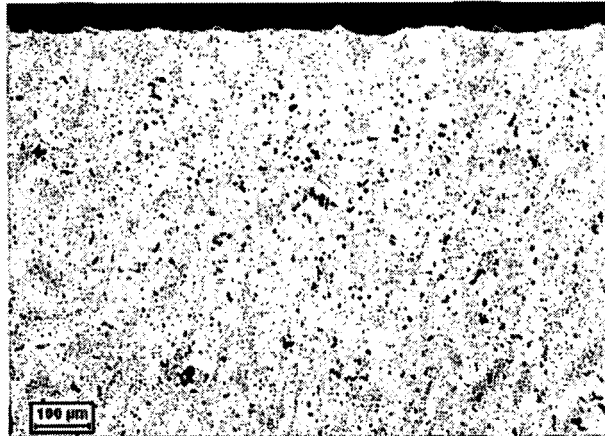


Figura 6

