



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 349 384**

51 Int. Cl.:  
**B22F 1/00** (2006.01)  
**C09F 9/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06701773 .1**  
96 Fecha de presentación : **27.01.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1861215**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.12.2007**

54 Título: **Composición de polvos de metal que comprende un aglutinante de aceite de secado.**

30 Prioridad: **11.03.2005 SE 2005100550**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**30.12.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**30.12.2010**

73 Titular/es: **HÖGANÄS AB.**  
**Zacco Denmark A/S**  
**Hans Bekkevolds Allé 7**  
**2900 Hellerup, SE**

72 Inventor/es: **Vidarsson, Hilmar y**  
**Johansson, Björn**

74 Agente: **De Justo Bailey, Mario**

**ES 2 349 384 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**Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a una composición metalúrgica de polvos para preparar partes compactadas. Específicamente, la invención se dirige a una composición de polvos de hierro unidos que comprende un aglutinante mejorado.

Técnica anterior

10 En la industria, está cada vez más extendido el uso de polvos metálicos fabricados mediante compactación y sinterización de composiciones de polvos basados en hierro. Los requisitos de calidad de estos productos metálicos se elevan continuamente y, como consecuencia, se desarrollan nuevas composiciones de polvos que tienen propiedades mejoradas. Algunas de las propiedades más importantes de los productos sinterizados finales son la densidad y tolerancias dimensionales, que por encima de todo tienen que ser consistentes. Los problemas con la variaciones de tamaños en el producto final originan a menudo faltas de homogeneidades en las mezclas de polvos que van a ser compactados. Estos problemas son especialmente apreciables con mezclas de polvos que incluyen componentes pulverulentos que difieren en tamaño, densidad y forma, que es una razón por la que se produce la segregación durante el transporte, almacenamiento y manejo de la composición de polvos. Esta segregación supone que la composición estará combinada de forma no uniforme, lo que significa a su vez que las partes, preparadas a partir de la composición de polvos, están compuestas de forma diferente y, combinadas de formas diferentes y, consecuentemente, tienen propiedades diferentes. Un problema adicional es que las partículas finas, particularmente las de densidad inferior, como el grafito, provocan la dispersión de polvos finos en el manejo de la mezcla de polvos.

35 Mediante la adición de un aglutinante a la composición

de polvos, se pueden reducir o eliminar los problemas de segregación y dispersión de polvos finos. La finalidad del aglutinante es unir eficazmente las partículas de tamaño pequeño de los aditivos, como los componentes de aleaciones, a la superficie de las partículas metálicas de base y, consecuentemente, reducir los problemas de segregación y dispersión de polvos finos.

Un tipo de agentes aglutinantes está basado en resina líquida, que es un aceite deshidratante que consiste en tres resinas y que contiene aproximadamente 20-50% de ácidos de colofonia (colofonia de resina líquida) y aproximadamente 35-55% de ácidos grasos libres. Estos agentes aglutinantes se describen en las patentes de EE.UU. 4.676.831, 4.834.800, 6.682.579 B2, 6.068.813 y 5.429.792.

El documento US 4.676.831 (Engström) describe de forma general el uso de ciertos aceites de resina líquida como agentes aglutinantes.

El documento US 4.834.800 (Semel) describe el uso de ciertas resinas formadoras de películas y alquídicas insolubles en agua que son los productos de un alcohol polihidroxilado y un ácido polibásico en presencia de un modificador, posiblemente un aceite deshidratante o un monómero líquido polimerizable como, por ejemplo, aceite de linaza, aceite de soja, aceite de palo o aceite de resina líquida.

El documento US 6.682.579 B2 (Narasimhan) y US 6.068.813 (Semel) describen el posible uso de ésteres de aceite de resina líquida como aglutinantes en composiciones de povos metalúrgicos.

El documento US 5.429.792 (Luk) describe una composición de polvos metalúrgicos capaz de ser compactada a temperaturas elevadas y que comprende un polvo basado en hierro, un polvo de aleación, un lubricante de compactación a temperaturas elevadas y un aglutinante. Los agentes aglutinantes preferidos incluyen resinas de ésteres de celulosa, resinas fenólicas termoplásticas de peso molecular elevado,

resinas de hidroxialquil-celulosa y sus mezclas. La resina fenólica termoplástica es un producto de la reacción de esterificación entre ácidos de resinas, a partir de colofonias de maderas naturales y colofonias de aceites de resinas líquidas y un compuesto que contiene un resto alcohol como, por ejemplo, metanol, metileno y dietilenglicol, glicerol pentaeritritol.

Los documentos US 3.696.230 y GB 1324486 describen una mezcla que comprende polvo de hierro y un aglutinante.

10 Aunque los agentes aglutinantes basados en aceites deshidratantes rinden a menudo satisfactoriamente, se pueden producir problemas durante una producción a gran escala y estos problemas pueden conducir a faltas de homogeneidades de productos inaceptables y a un intervalo demasiado  
15 amplio de dispersión de pesos de las partes compactadas. Después de estudios intensivos, se ha encontrado ahora que estos problemas surgen cuando los tiempos de deshidratación del aceite varían y no pueden ser adecuadamente controlados. La presente invención se ocupa de una solución para  
20 este problema.

#### Sumario de la invención

Un objeto de la presente invención es, por tanto, proporcionar una nueva composición metalúrgica de polvos para preparar partes compactadas con bajos intervalos de dispersión de pesos. Esta nueva composición está bien adecuada  
25 para la producción a gran escala de las partes compactadas y se distingue por un mínimo de segregación durante el transporte, almacenamiento y manejo, por medio de un nivel bajo de dispersión de polvos finos y por características de  
30 flujo adecuadas.

Este objeto se consigue usando un aceite deshidratante en combinación con un agente de secado como aglutinante. Por tanto, la presente invención se ocupa de composiciones metalúrgicas de polvos como se define en las reivindicaciones,  
35 para preparar partes compactadas, composiciones que

comprenden un polvo de hierro o basado en hierro, grafito y, opcionalmente otros elementos aleantes, lubricantes o aditivos y un aglutinante que consiste en un aceite deshidratante y un agente de secado.

5 Descripción detalla de la invención

Los agentes deshidratantes de la presente invención son compuestos que facilitan el secado controlado de un aceite deshidratante, haciendo posible ajustar el tiempo de secado del aceite de conformidad con los requisitos actuales del procedimiento. Los agentes deshidratantes deben ser insolubles en el aceite deshidratante, y estos agentes pueden ser descritos químicamente como jabones metálicos, que contienen metales alcalinotérreos o metales pesados. Los agentes deshidratantes son escogidos preferentemente entre sales de Zn, Co, Mn, Pb, Zr, o Ca de ácidos octanoico o nafténico, de los que el más preferido es el naftenato de cobalto.

Dependiendo del tipo de agente de secado usado, la velocidad óptima de adición del aceite deshidratante puede ser fácilmente establecida a través de experimentación.

En este contexto, un aceite deshidratante es descrito químicamente como un éster de un ácido graso poliinsaturado y un poliol, que se polimeriza (cura) a través de una reacción con oxígeno, formando películas sólidas capaces de aglutinar partículas más finas a las partículas de polvos basados en hierro. En un aceite deshidratante preferido, los ácidos grasos poliinsaturados derivan de ácidos grasos de resinas líquidas o ácidos grasos de aceite de linaza y el poliol es escogido preferentemente entre el grupo de glicerol, propano-1,3-diol, penta-, dipenta- o tripenta-eritritol.

El aglutinante es añadido a la composición de polvos basados en hierro en cantidades de 0,01-1% p, preferentemente 0,01-0,5% p. La cantidad del agente de secado en el aglutinante es de 0,01-5% p, dependiendo del tipo de aceite

deshidratante y el agente de secado usados y el tiempo de secado preferido. Según una realización actualmente preferida de la invención, el agente de secado es usado en una cantidad entre 0,05 y 2,5, más preferentemente entre 0,1 y 1% p del aglutinante.

La finalidad del aglutinante, como se estableció anteriormente, es unir firme y eficazmente las partículas de tamaño pequeño de grafito, otros elementos aleantes y otros aditivos a la superficie de las partículas metálicas de base y, consecuentemente, reducir los problemas de segregación y dispersión de polvos finos. Se ha encontrado ahora sorprendentemente que mediante un estrecho control del tiempo de secado de un aglutinante que comprende un aceite deshidratante, no solo se puede conseguir un nivel aceptable de la dispersión de polvos finos y la velocidad de flujo, sino también un estrechamiento sustancial del intervalo de dispersión de pesos de los componentes producidos a una escala industrial.

El tiempo de secado del aglutinante es preferentemente controlado hasta un valor de menos de 4 horas mediante la adición de al menos un agente de secado al aceite deshidratante. Además, con el fin de facilitar la producción de mezclas homogéneas de polvos unidos a una escala industrial antes de que el aglutinante se haya secado completamente, se prefiere que el tiempo de secado no sea más corto que aproximadamente 30 minutos. Sin embargo, otros intervalos preferidos del tiempo de secado pueden ser de interés, dependiendo de la cantidad, tipo y tamaño del material que va a ser unido y/o de otros parámetros. El intervalo preferido del tiempo de secado puede ser fácilmente establecido mediante experimentación. Los valores anteriores del tiempo de secado se refieren a mediciones a temperatura y humedad del ambiente por medio de un analizador de películas finas (TFA) Rhopoint.

Las características de los demás componentes de la

composición de polvos metalúrgicos de la presente invención se expondrán a continuación brevemente.

El polvo de hierro o basado en hierro puede ser un polvo de hierro esencialmente puro o una mezcla de diferentes polvos de hierro que se mezcla con los aditivos pulverulentos. El polvo puede ser también un polvo previamente aleado o un polvo de difusión o parcialmente aleado. El tamaño de partícula para las partículas de hierro o basadas en hierro tiene preferentemente un tamaño de partícula medio ponderal máximo hasta aproximadamente 500  $\mu\text{m}$ .

Ejemplos de elementos aleantes son cobre, molibdeno, cromo, níquel, manganeso, fósforo, carbono en la forma de grafito y wolframio, que son usados separadamente o en combinación. Los elementos comúnmente usados cobre y níquel, pueden ser usados adecuadamente en cantidades hasta 3% p y 5% p, respectivamente. La cantidad de grafito puede variar entre 0,1 y 2% p. Estos aditivos son generalmente polvos que tienen un tamaño de partícula más pequeño que el polvo de hierro de base y la mayoría de los aditivos tienen un tamaño de partícula de menos de aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ .

Además de ello, las composiciones según la presente invención pueden incluir aditivos comunes como adyuvantes de sinterización, materiales de fase dura o agentes mejoradores de la capacidad de tratamiento.

Ejemplos de lubricantes son estearatos metálicos, por ejemplo, estearato de zinc y ceras de amidas, por ejemplo, etileno-diestearamida. El lubricante puede ser incluido en la composición metalúrgicas en cantidades hasta 1,5% p.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos que se refieren a una realización preferida de la presente invención.

#### Ejemplo 1

Este ejemplo se refiere a la relación entre los tiempos de secado y las cantidades añadidas de agente de secado.

Como aglutinante, se usó un aceite deshidratante que comprende ésteres de aceite de resina líquida, obtenido a través de la esterificación de ácidos grasos de resina líquida y dipentaeritritol y un agente de secado. Como  
5 agente de secado se usó una solución al 10% p de naftenato de cobalto.

Con el fin de controlar el tiempo de secado del agente de secado, se mezclaron cantidades diferentes del agente de secado con el aceite deshidratante. La relación entre la  
10 cantidad añadida de agente de secado, en forma de porcentaje en peso del aceite deshidratante, y el tiempo de secado, medido a temperatura y humedad ambientales por medio de un analizador de películas finas (TFA) Rhopoint, se muestra en la Tabla 1 siguiente.

15

Tabla 1

Cantidad de agente deshidratante (%)	Tiempo de secado (horas)
0,20	6,5
0,25	4,8
0,30	4,0
0,40	2,3
0,50	1,7
0,60	0,5

Como se puede observar, las cantidades del agente de secado naftenato de cobalto en el éster de aceite de resina líquida deben variar entre 0,3 y 0,6% p, con el fin de ob-  
20 tener tiempos de secado adecuados.

#### Ejemplo 2

Este ejemplo demuestra el efecto de la cantidad de agente de secado en el aglutinante sobre la dispersión de pesos de las partes compactadas producidas.

25

Se usaron el mismo aceite deshidratante y agente de secado del ejemplo 1.

Se prepararon dos mezclas de polvos de hierro A y B respectivamente. Ambas mezclas contenían el polvo de hierro atomizado AHC 100.29 disponible en la empresa Höganäs AB, 2% p de un polvo de cobre, 0,8% p de grafito UF-4 y 0,8% p de estearato de zinc como lubricante. A la primera mezcla se añadió 0,05% p del aglutinante que comprendía 0,25% p de agente de secado y el resto aceite deshidratante y, a la segunda mezcla, se añadió 0,05% p del aglutinante que comprendía 0,5% p de agente de secado y el resto de aceite deshidratante.

Para cada una de las mezclas, se produjeron 200 piezas de un componente que tenía un peso diana de 250 g en un entorno industrial. Cada pieza se pesó y se rechazaron las piezas que tenían una desviación de peso de más de  $\pm 1,25$  g. La Tabla 2 muestra el número de piezas rechazadas cuando son producidas en un entorno industrial, a partir de cada una de las diferentes composiciones.

Tabla 2

Mezcla	Cantidad de agente de secado (% p)	Nº de piezas rechazadas
A	0,25	20
B	0,5	0

Como se puede observar a partir de la Tabla 2, la adición de un agente de secado, en una cantidad suficiente para controlar el tiempo de secado hasta un valor entre 30 minutos y 4 horas, reduce claramente el número de piezas rechazadas cuando se produce un componente en un entorno industrial.

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición metalúrgica de polvos para preparar partes compactadas, que comprende un polvo de hierro o basado en hierro y un aglutinante que consiste en un aceite deshidratante en combinación con un agente de secado, en que el aceite deshidratante comprende un éster obtenido a través de la esterificación de un ácido graso poliinsaturado y un poliol y la cantidad de aglutinante es entre 0,01-1% p de la composición y la cantidad de agente de secado en el aglutinante es 0,01-5% p.

2. Una composición metalúrgica de polvos según la reivindicación 1, en la que el ácido graso poliinsaturado es derivado de aceite de resina líquida o de aceite de linaza.

3. Una composición metalúrgica de polvos según la reivindicación 1, en la que el poliol se selecciona entre el grupo de glicerol, propano-1,3-diol o dipenta- o tripenta-eritritol.

4. Una composición metalúrgica de polvos según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que al menos un componente del agente de secado se selecciona entre el grupo de sales solubles en aceites de Zn, Co, Mn, Pb, Zr o Ca de ácidos octanoico o nafténico.

5. Una composición metalúrgica de polvos según la reivindicación 4, en la que el agente de secado es naftenato de cobalto.

6. Una composición metalúrgica de polvos según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en la que la cantidad de aglutinante es de entre 0,01-0,5% p.

7. Una composición metalúrgica de polvos según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en la que el aglutinante tiene un tiempo de secado de 0,5-4 horas.

8. Una composición metalúrgica de polvos según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que comprende adicionalmente grafito.

9. Una composición metalúrgica de polvos según una

cualquiera de las reivindicaciones 1-8, que comprende adicionalmente al menos un lubricante.

10. Una composición metalúrgica de polvos según una  
5 adicionalmente al menos un aditivo seleccionado entre el grupo  
que consiste en elementos aleantes, adyuvantes de sinterización, agentes mejoradores de la capacidad de tratamiento y materiales de fase dura.