(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **3 009 633**

(51) Int. CI.:

H01F 1/24 (2006.01)
H01F 41/02 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.05.2019 PCT/EP2019/063717**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **05.12.2019 WO19229015**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.05.2019 E 19726005 (2)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.02.2025 EP 3803914**

(54) Título: **Composición de polvo ferromagnético**

(30) Prioridad:

30.05.2018 EP 18175161

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.03.2025

(73) Titular/es:

HÖGANÄS AB (PUBL) (100.00%)
Bruksgatan 35
263 83 Höganäs, SE

(72) Inventor/es:

YE, ZHOU

(74) Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

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).

DESCRIPCION

Composición de polvo ferromagnético

Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de polvo magnético blando a base de hierro aislada eléctricamente, a un componente compuesto magnético blando obtenible a partir de la composición de polvo y a un proceso para producirlo. Específicamente, la invención se refiere a una composición de polvo magnético blando para la preparación de componentes magnéticos blandos que trabajan a altas frecuencias, siendo los componentes adecuados para su uso, por ejemplo, como inductores o reactores para electrónica de potencia.

Antecedentes de la invención

Los materiales magnéticos blandos se utilizan para aplicaciones, tales como materiales de núcleo en inductores, estatores y rotores para máquinas eléctricas, actuadores, sensores y núcleos de transformadores. Tradicionalmente, los núcleos magnéticos blandos, tales como los rotores y estatores de las máquinas eléctricas, están hechos de láminas de acero apiladas. Los Materiales Compuestos Magnéticos Blandos (SMC) se basan en partículas magnéticas blandas, generalmente a base de hierro, con un recubrimiento eléctricamente aislante en cada partícula. Los componentes SMC se obtienen compactando las partículas aisladas mediante un proceso tradicional de compactación metalúrgica de polvo (PM), opcionalmente junto con lubricantes y/o aglutinantes. Mediante el uso de la técnica metalúrgica de polvo es posible producir dichos componentes con un mayor grado de libertad en el diseño, que utilizando laminados de acero. Mediante el uso de PM, los componentes obtenidos pueden transportar un flujo magnético tridimensional, ya que se pueden obtener formas tridimensionales mediante el proceso de compactación.

Un inductor o reactor es un componente eléctrico pasivo que puede almacenar energía en forma de campo magnético creado por la corriente eléctrica que pasa a través de dicho componente. La capacidad de un inductor para almacenar energía, la inductancia (L), se mide en Henrios (H). El inductor más simple es un cable aislado enrollado como una bobina. Una corriente eléctrica que fluye a través de las espiras de la bobina creará un campo magnético alrededor de la bobina, cuya intensidad de campo será proporcional a la corriente y a la unidad de espiras/longitud de la bobina. Una corriente variable creará un campo magnético variable que inducirá un voltaje opuesto al cambio de corriente que lo creó. La fuerza electromagnética (EMF), que se opone al cambio de corriente, se mide en voltios(V) y está relacionada con la inductancia de acuerdo con la Ecuación 1:

$$v(t)=L\,di(t)/dt \qquad \text{Ecuación 1}$$

donde L es la inductancia, t es el tiempo, v(t) es el voltaje variable en el tiempo a través del inductor e i(t) es la corriente variable en el tiempo. Es decir; un inductor que tiene una inductancia de 1 henrio produce una EMF de 1 Voltio cuando la corriente a través del inductor cambia en 1 Amperio/segundo.

Los inductores de núcleo ferromagnético o de hierro utilizan un núcleo magnético hecho de un material ferromagnético o ferrimagnético, como hierro o ferrita, para aumentar la inductancia de una bobina. Debido a las mayores permeabilidades de estos materiales de núcleo y al aumento resultante del campo magnético, la inductancia puede aumentar significativamente.

Dos características clave del componente SMC son su permeabilidad magnética y sus características de pérdida de núcleo. La permeabilidad magnética, μ, de un material es una indicación de su capacidad para transportar un flujo magnético, es decir su capacidad de magnetizarse. La permeabilidad se define como la relación entre el flujo magnético inducido (denominado B y medido en newton/amperio*metro, N/Am o en voltio*segundo/metro^2, Vs/m^2), a la fuerza magnetizante o intensidad de campo, (denotada H y medida en amperios/metro, A/m). Por lo tanto, la permeabilidad magnética tiene la dimensión voltio*segundo/amperio*metro, Vs/Am. Normalmente, la permeabilidad magnética se expresa como la permeabilidad relativa $\mu_r = \mu/\mu_0$, relativa a la permeabilidad del espacio libre, $\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$Vs/Am.

La permeabilidad magnética no sólo depende del material que transporta el flujo magnético, sino también del campo eléctrico aplicado y de su frecuencia. En los sistemas técnicos frecuentemente se hace referencia a la permeabilidad relativa máxima, que es la permeabilidad relativa máxima, medida durante un ciclo del cameléctrico variable.

Se puede utilizar un núcleo inductor en sistemas electrónicos de potencia para filtrar señales no deseadas, tales como diversos armónicos. Para funcionar eficientemente, un núcleo inductor para tal aplicación debe tener una permeabilidad relativa máxima baja, lo que implica que la permeabilidad relativa tendrá una característica más lineal en relación con el campo eléctrico aplicado; es decir permeabilidad progresiva estable, μ_Δ (según se define de acuerdo con $\Delta B=\mu_\Delta*\Delta H$) y alta densidad de flujo de saturación. Esto permite que el inductor trabaje de manera más eficiente en un intervalo más amplio de corriente eléctrica, y también puede expresarse como

que el inductor tiene una "buena polarización DC". La polarización DC se puede expresar en términos de porcentaje de permeabilidad progresiva máxima en un campo eléctrico aplicado específico, por ejemplo, a 4000 A/m. Además, una permeabilidad relativa máxima baja y una permeabilidad progresiva estable combinadas con una alta densidad de flujo de saturación, permiten que el inductor transporte una corriente eléctrica más alta que es, entre otros, beneficioso cuando el tamaño es un factor limitante, por lo que se puede utilizar un inductor más pequeño.

Cuando un material magnético se expone a un campo variable, ocurren pérdidas de energía debido a pérdidas por histéresis y pérdidas por corriente de Foucault. La pérdida por histéresis es proporcional a la frecuencia de los campos magnéticos alternos, mientras la pérdida por corriente de Foucault es proporcional al cuadrado de la frecuencia. Por lo tanto, a altas frecuencias, la pérdida por corriente de Foucault es de suma importancia y es especialmente necesario reducir la pérdida por corriente de Foucault, manteniendo al mismo tiempo un nivel bajo de pérdidas por histéresis.

La pérdida por histéresis (pérdida de DC) se produce por el gasto de energía necesario para superar las fuerzas magnéticas retenidas dentro del componente del núcleo de hierro. Las fuerzas se pueden minimizar mejorando la pureza y la calidad del polvo base, pero más importante, aumentando la temperatura y/o el tiempo del tratamiento térmico (es decir liberación de tensión) del componente. La pérdida por corriente de Foucault (pérdida de AC) se produce por la producción de corrientes eléctricas, en el componente (corrientes de Foucault a granel) y en las partículas magnéticas blandas (corrientes de Foucault en la partícula), debido al flujo cambiante causado por las condiciones de corriente alterna (AC).

Es deseable que el componente tenga una resistividad eléctrica alta, para minimizar las corrientes de Foucault a granel. El nivel de resistividad eléctrica que se requiere para minimizar las pérdidas de AC depende del tipo de aplicación (frecuencia de operación) y del tamaño del componente. Además, las partículas de polvo individuales deben recubrirse con un aislamiento eléctrico térmicamente estable, preferiblemente estable por encima de 650°C, para disminuir las corrientes de Foucault a granel, mientras se mantiene un bajo nivel de pérdida por histéresis. Para aplicaciones que operan a altas frecuencias, es deseable utilizar polvos que tengan un tamaño de partícula más fino, ya que las corrientes de Foucault dentro de la partícula se pueden restringir a un volumen más pequeño. Por lo tanto, los polvos finos, así como la alta resistividad eléctrica, serán cada vez más importantes para los componentes que trabajan a alta frecuencia.

Independientemente de qué tan bien que funcione el aislamiento de partícula, siempre habrá corrientes de Foucault a granel sin restricciones dentro del componente, que provoquen pérdidas. Dado que la pérdida por corriente de Foucault a granel es proporcional al área de la sección transversal de la parte compactada que transporta el flujo magnético, los componentes que tienen una gran área de sección transversal requerirán una resistividad eléctrica mayor, para restringir las pérdidas por corriente de Foucault a granel.

El polvo magnético blando a base de hierro aislado que tiene un tamaño de partícula promedio de 50-150 µm, por ejemplo, entre aproximadamente 80 µm y 120 µm y 10-30% menos de 45 µm (polvo de malla 100) se puede utilizar para componentes que funcionan desde 200 Hz hasta 10 kHz, mientras que los componentes que funcionan a frecuencias desde 2 kHz hasta 50 kHz, normalmente se basan en polvos magnéticos blandos aislados que tienen un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20-75 µm, por ejemplo, entre aproximadamente 30 µm y 50 µm, y más del 50 % es menor de 45 µm (polvo de malla 200). El tamaño promedio de partícula y la distribución del tamaño de partícula deberían optimizarse preferiblemente de acuerdo con los requisitos de la aplicación.

La investigación en la fabricación metalúrgica de polvo de componentes de núcleo magnético utilizando polvos recubiertos a base de hierro, se ha dirigido al desarrollo de composiciones de polvo de hierro que mejoran ciertas propiedades físicas y magnéticas, sin afectar negativamente otras propiedades del componente final. Las propiedades deseadas de los componentes incluyen, por ejemplo, una permeabilidad adecuada a través de un intervalo de frecuencia extendido, alta inducción de saturación, alta resistencia mecánica y bajas pérdidas de núcleo; lo que implica que se desea aumentar la resistividad de los núcleos magnéticos.

En la búsqueda de vías para mejorar la resistividad, se han utilizado y propuesto diferentes procedimientos. Un procedimiento se basa en proporcionar recubrimientos o películas eléctricamente aislantes sobre las partículas de polvo, antes de que dichas partículas se sometan a compactación. Existe un gran número de publicaciones de patentes que enseñan diferentes tipos de recubrimientos eléctricamente aislantes. Ejemplos de patentes publicadas relativas a recubrimientos inorgánicos son la Patente de EE.UU. No. 6,309,748, Patente de EE.UU. No. 6,348,265 y documento de EE.UU. No. 6,562,458. Los recubrimientos de materiales orgánicos se conocen, por ejemplo, por Patente de EE.UU. No. 5,595,609. Los recubrimientos que comprenden tanto material inorgánico como orgánico se conocen, por ejemplo, por Patentes de EE.UU. Nos. 6,372,348 y 5,063,011 y la publicación de patente DE 3,439,397, de acuerdo con cuya publicación las partículas están rodeadas por una capa de fosfato de hierro y un material termoplástico. La patente europea EP1246209B1 describe un polvo a base de metal ferromagnético, en donde la superficie del polvo a base de metal está recubierta con un recubrimiento, que consiste en resina de silicona y partículas finas de minerales arcillosos que tienen una estructura en capas, como bentonita o talco.

El documento US6,756,118B2 revela un compuesto de metal en polvo magnético blando, que comprende al menos dos óxidos que encapsulan partículas de metal en polvo, formando los al menos dos óxidos al menos una fase común.

La solicitud de patente JP2002170707A describe una partícula de hierro aleado recubierta con una capa que contiene fósforo, los elementos de aleación pueden ser silicio, níquel o aluminio. En un segundo paso, el polvo recubierto se mezcla con una solución acuosa de silicato de sodio, seguido del secado. Los núcleos de polvo se producen moldeando el polvo y tratando térmicamente la parte moldeada a una temperatura de 500-1000°C.

El silicato de sodio se menciona en el documento JP51-089198, como agente aglutinante para partículas de polvo de hierro durante la producción de núcleos de polvo mediante moldeo de polvo de hierro, seguido de tratamiento térmico de la parte moldeada.

El documento EP 2509081 A1 divulga elementos de la presente invención de acuerdo con el preámbulo de la reivindicación 1.

Las altas densidades mejoran normalmente las propiedades magnéticas. Específicamente, se necesitan altas densidades para mantener las pérdidas por histéresis en un nivel bajo y obtener una alta densidad de flujo de saturación. Para obtener componentes compuestos magnéticos blandos de alto rendimiento, también tiene que ser posible someter la composición de polvo aislada eléctricamente a un moldeo por compresión a altas presiones, sin dañar el aislamiento eléctrico, después de lo cual el componente debe ser expulsado fácilmente del equipo de moldeo, sin daños en la superficie del componente. Lo que a su vez significa que las fuerzas de expulsión tienen que no ser demasiado altas.

Además, para reducir las pérdidas por histéresis, se requiere un tratamiento térmico de liberación de tensión de la parte compactada y, para obtener una liberación de tensión efectiva, el tratamiento térmico debería realizarse preferiblemente a una temperatura superior a 300oC y por debajo de una temperatura en donde el recubrimiento aislante se dañe, en una atmósfera de, por ejemplo, nitrógeno, argón o aire, o al vacío.

La presente invención se refiere a un polvo compuesto magnético blando a base de hierro, cuyas partículas núcleo están recubiertas con un recubrimiento cuidadosamente seleccionado, que hace que las propiedades del material sean adecuadas para la producción de inductores, mediante la compactación del polvo, opcional y preferiblemente seguida de un proceso de tratamiento térmico.

La presente invención ha sido realizada en vista de la necesidad de núcleos de polvo que estén destinados principalmente a usarse a frecuencias más altas, es decir frecuencias de 2 kHz y superiores, y particularmente entre 5 y 100 kHz, donde una mayor resistividad y menores pérdidas en el núcleo son esenciales. Preferiblemente, la densidad de flujo de saturación tiene que ser lo suficientemente alta, para permitir la reducción del tamaño del núcleo. Además, debería ser posible producir los núcleos, sin tener que compactar el polvo metálico utilizando lubricación de la pared y/o presiones de compactación superiores a 1200 MPa.

Objetos de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un nuevo polvo compuesto a base de hierro, que se pueda compactar en componentes magnéticos blandos, con una alta resistividad y una baja pérdida de núcleo, siendo el nuevo polvo compuesto a base de hierro especialmente adecuado para ser utilizado en la producción de núcleos de inductor para electrónica de potencia.

Otro objeto de la invención es proporcionar una composición de polvo a base de hierro, que comprenda un polvo a base de hierro aislado eléctricamente, que se pueda compactar en componentes magnéticos blandos que tienen alta resistencia, permeabilidad máxima adecuada y alta inducción.

Un objeto adicional de la invención es proporcionar medios para minimizar la pérdida por histéresis, sin deteriorar el recubrimiento aislado eléctricamente del polvo a base de hierro, manteniendo la pérdida por corriente de Foucault a granel a un nivel bajo.

Otro objeto más de la invención es proporcionar una composición de polvo a base de hierro, que comprenda un polvo a base de hierro aislado eléctricamente, para ser compactado en componentes magnéticos blandos que tienen una resistencia en verde suficientemente alta, para permitir una disminución de la presión de compactación mientras se mantiene un buen rendimiento magnético.

Un objeto adicional de la invención es proporcionar un procedimiento para producir componentes magnéticos blandos que tengan alta resistencia, alta inducción y baja pérdida de núcleo, minimizando la pérdida por histéresis mientras se mantiene la pérdida por corriente de Foucault en un nivel bajo.

Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para producir un núcleo inductor compuesto, a base de hierro magnético blando, compactado y opcionalmente tratado térmicamente, que tenga bajas pérdidas

de núcleo y una "buena" polarización DC, en combinación con suficiente resistencia mecánica y una densidad de flujo magnético aceptable (inducción).

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un medio que permita evitar el uso de agentes aglutinantes orgánicos, ya que estos pueden dar lugar a problemas durante los tratamientos térmicos a alta temperatura debido, por ejemplo, a la descomposición, permitiendo de este modo aumentar la densidad de flujo y disminuir las pérdidas de núcleo.

Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un medio para mejorar las propiedades magnéticas de un material compuesto magnético blando, en particular para mejorar la pérdida del núcleo y/o la polarización DC.

La presente invención proporciona un polvo compuesto a base de hierro y procedimientos de proceso para tratar dicha mezcla, que se puede utilizar para preparar, por ejemplo, inductores que tienen alta densidad de flujo de saturación, menor pérdida de núcleo y para los cuales el proceso de fabricación de los mismos se puede simplificar significativamente.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una representación gráfica de dos realizaciones de la invención, en donde en la Realización 1 la partícula A tiene las capas A1 y A2 de recubrimiento y la partícula B tiene solo la capa B1 de recubrimiento, y en donde en la realización 2 la partícula B tiene ambas capas B1 y B2 de recubrimiento. Tenga en cuenta que los tamaños de partícula y los espesores de la capa de recubrimiento de las partículas A y B pueden ser diferentes, y que la Figura 1 puede no reflejar la escala real de las partículas y sus recubrimientos.

La Figura 2 ilustra la polarización DC de las Muestras 1 y 3, como se puede derivar del cambio en la permeabilidad a diferentes intensidades de campo, medidas a 50 kHz, como se obtiene en los Ejemplos.

La Figura 3 muestra la resistencia en verde de diferentes composiciones de los ejemplos con 0.4 % en peso de lubricante particulado añadido, compactado a 1000 MPa y utilizando diferentes temperaturas de troquel y diferentes lubricantes (arriba: Lub A, una cera de amida, fondo: Lub B, un lubricante compuesto de acuerdo con el documento WO2010/062250)

La Figura 4 muestra la resistencia en verde de diferentes composiciones de los Ejemplos con 0.4 % en peso de lubricante particulado añadido, compactado a 1200 MPa y utilizando diferentes temperaturas de troquel y diferentes lubricantes (arriba:Lub A, fondo: Lub B).

La Figura 5 muestra las pérdidas de núcleo obtenidas para componentes compactados con 80°C en el troquel y 0.4 % en peso de diferentes lubricantes particulados añadidos. Arriba: Pérdida de núcleo a baja frecuencia (1 kHz) a 1T. Fondo: Pérdida de núcleo a alta frecuencia (20 kHz) a 0.2 T.

Resumen de la invención

Para lograr al menos uno de los objetos mencionados anteriormente y/u otros objetos no mencionados, que aparecerán a partir de la siguiente descripción, la presente invención se define mediante las reivindicaciones independientes 1, 9, 10 y 13.

Los rasgos opcionales se definen en las reivindicaciones dependientes correspondientes.

Otras realizaciones y aspectos de la invención se harán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada.

Definiciones

En la presente invención, todos los parámetros físicos se miden a temperatura ambiente (20°C) y a presión atmosférica (10^5Pa), a menos que se indique de otro modo.

Como se utiliza en el presente documento, el artículo indefinido "un" indica uno así como más de uno, y no necesariamente limita su nombre de referencia al singular.

El término "aproximadamente" significa que la cantidad o valor en cuestión puede ser el valor específico designado o algún otro valor cercano, generalmente dentro de un intervalo de ±5% del valor indicado. Así, por ejemplo, la frase "aproximadamente 100" denota un intervalo de 100 ±5.

El término y/o significa que todos o sólo uno de los elementos indicados están presentes. Por ejemplo, "a y/o b" denota "sólo a", o "sólo b", o "a y b juntos". En el caso de "sólo a" el término también cubre la posibilidad de que b esté ausente, es decir, "sólo a, pero no b".

El término "que comprende" tal como se utiliza en el presente documento pretende ser no exclusivo y de extremo abierto. Una composición que comprende ciertos componentes puede por tanto comprender otros

componentes, además de los enumerados. Sin embargo, el término también incluye los significados más restrictivos de "que consiste en" y "que consiste esencialmente en". El término "que consiste esencialmente en" permite la presencia de hasta 10% en peso inclusive, preferiblemente hasta 5% inclusive, de materiales distintos de los enumerados para la composición respectiva, materiales que también pueden estar completamente ausentes.

Siempre que se hace referencia a parámetros mensurables, se utilizan los procedimientos empleados en los ejemplos. Además, se pueden utilizar procedimientos estándar en la técnica, como los especificados en ISO 13320-1:1999, para la determinación de tamaños de partícula y distribuciones de tamaño de partícula mediante difracción láser. Los tamaños de partícula también se pueden clasificar mediante tamizado en seco, por ejemplo de acuerdo con ISO 1497:1983.

La resistividad se puede determinar mediante una medición con Sonda de Cuatro Puntos, como se describe en Smits, F.M., "Measurements of Sheet Resistivity with the Four-Point Probe" BSTJ, 37, pág. 371 (1958). En caso de cualquier discrepancia, prevalecerán los procedimientos empleados en los ejemplos de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

En un primer aspecto, la invención se refiere a una composición que comprende, consiste esencialmente en, o consiste en

i) Partículas A, cada una de las cuales comprende un núcleo a base de hierro y dos o más capas de recubrimiento que rodean el núcleo, en donde las dos o más capas de recubrimiento incluyen una primera capa A1 de recubrimiento que se proporciona sobre la superficie del núcleo, cuya capa A1 es una capa de recubrimiento aislante a base de fósforo, y una segunda capa A2, que se proporciona sobre la capa A1 y que se describe a continuación; y

ii) Partículas B, cada una de las cuales comprende un núcleo fabricado a partir de una aleación que comprende Fe y Si, o que consiste esencialmente en Fe y Si, en donde la superficie del núcleo de FeSi está provista al menos de una capa B1 aislante a base de fósforo, y opcionalmente una segunda capa B2, que está provista sobre la capa B1 y que se describe a continuación.

Las partículas A y B son distintas entre sí, al menos en la naturaleza de la composición del núcleo. Por lo tanto, el núcleo magnético blando de las partículas A no es una aleación que comprenda Fe y Si, como se especifica a continuación para las partículas B.

El núcleo de las partículas A tiene preferiblemente una densidad (AD) aparente que se ha incrementado entre 7-25% mediante molienda, trituración u otros procesos que alterarán físicamente la superficie irregular. La AD de las partículas A, medida de acuerdo con la norma ISO 3923-1, debería estar en el intervalo de 3.2-3.7 g/ml, preferiblemente 3.3-3.7 g/ml, preferiblemente 3.3-3.6 g/ml, más preferiblemente en el intervalo de más de 3.3 g/ml a menos o igual a 3.6 g/ml, preferiblemente entre 3.35 y 3.6 g/ml; o 3.4 y 3.6 g/m; o 3.35 y 3.55 g/ml; o entre 3.4 y 3.55 g/ml.

En otra realización, la composición en polvo puede comprender un lubricante.

La invención se refiere además a un procedimiento para la preparación de materiales compuestos magnéticos blandos que comprende: compactar, preferiblemente uniaxialmente, una composición de acuerdo con la invención en un troquel a una presión de compactación de preferiblemente 400 a 1200 MPa, más preferiblemente 600-1200 MPa; y si está presente un lubricante, opcionalmente precalentar el troquel a una temperatura inferior a la temperatura de fusión del lubricante añadido; expulsar el cuerpo verde obtenido; y opcionalmente tratar térmicamente el cuerpo. Un componente compuesto de acuerdo con la invención tiene preferiblemente un contenido de fósforo (P) de 0.01-0.1 % en peso, un contenido de M añadido (que es preferiblemente Si) de 0.02-0.12 % en peso, y un contenido de Bi, añadido en forma de un compuesto particulado metálico o semimetálico C, entre 0.05-0.35 % en peso.

A continuación se describirán con más detalle cada uno de los componentes de la presente invención, sin pretender, no obstante, limitar la invención a las realizaciones concretas descritas.

Núcleo de las partículas A

Las partículas del núcleo a base de hierro de las partículas A pueden ser de cualquier origen, tal como las resultantes de la atomización de agua, atomización de gas o polvo de hierro esponjoso. Se prefiere una partícula atomizada con agua.

El núcleo magnético blando a base de hierro puede seleccionarse del grupo que consiste esencialmente en hierro puro, lo que significa que el contenido de hierro es del 90% en peso o más, preferiblemente del 95% en peso o más, más preferiblemente del 99% en peso o más. El resto puede ser cualquier material o elemento

distinto del Si. De forma especialmente preferible, el núcleo consiste hierro e impurezas inevitables. Estas pueden estar presentes en una cantidad de hasta 0.1% en peso.

Núcleo de las partículas B

El núcleo de las Partículas B está hecho de una aleación de hierro que incluye hierro y silicio (Si), siendo el núcleo atomizado preferiblemente con gas. Además de hierro y silicio, también pueden estar presentes otros metales en aleación, pero en menor extensión que Si. El Fe constituye el 80% en peso o más de la aleación que forma el núcleo de las partículas B, más preferiblemente 90 % en peso o más.

El resto está formado por impurezas inevitables y otros metales de aleación, incluyendo al menos Si. El Si forma al menos 1 % en peso de la aleación que forma el núcleo de las partículas B, preferiblemente 2.5% en peso o más, y aún más preferiblemente 4% en peso o más. El límite superior de Si es de 15% en peso o menos, pero típicamente está presente 10% en peso o menos de Si. Preferiblemente, el límite superior de la cantidad de Si es de 9% en peso o menos o de 8 % en peso o menos, pero también puede ser de 7% o menos. La cantidad de impurezas inevitables y otros elementos excepto Fe y Si es típicamente de 10% en peso o menos, más preferiblemente de 5% en peso o menos, y aún más preferiblemente de 2% en peso o menos. También puede ser tan bajo como 1.0 o 0.1% en peso o menos, siendo el resto Fe y Si. Otros elementos de aleación pueden incluir Al, Ni, Co o combinaciones de los mismos.

En una realización, el núcleo de las partículas B está hecho de una aleación de Fe-Si que consiste en 90% en peso o más de Fe y 10% o menos de Si, así como impurezas inevitables en una cantidad de 0.2% en peso o menos, preferiblemente 0.1% en peso o menos. En un aspecto preferido de esta realización, la cantidad de Si es de 4.0 a 7.0 % en peso, estando formado el resto por Fe e impurezas inevitables en una cantidad de 0.2% en peso o menos, tal como 0.1% en peso o menos.

Forma de las partículas A y B

Ahora también se ha encontrado sorprendentemente que se puede obtener una mejora adicional de la resistividad eléctrica del componente compactado y tratado térmicamente de acuerdo con la invención, si se utilizan partículas que tienen una superficie de partícula lisa como núcleo de las partículas A. Tal morfología adecuada se manifiesta, por ejemplo, por un aumento de la densidad aparente de más de 7% o más de 10%, o más de 12% o más de 13% para un polvo de hierro o a base de hierro, que da como resultado una densidad aparente de 3.2-3.7 g/ml, preferiblemente más de 3.3 g/ml e inferior o igual a 3.6 g/ml, preferiblemente entre 3.4 y 3.6 g/ml , o entre 3.35 y 3.55 g/ml.

Dichos polvos con la densidad aparente deseada pueden obtenerse mediante el proceso de atomización con gas o polvos atomizados con agua. Si se utilizan polvos atomizados con agua, preferiblemente se someten a molienda, trituración u otros procesos, que alterarán físicamente la superficie irregular de los polvos atomizados con agua. Si la densidad aparente de los polvos aumenta demasiado, por encima de aproximadamente 25 % o por encima de 20 %, lo que significa para un polvo a base de hierro atomizado con agua por encima de aproximadamente 3.7 o 3.6 g/ml, la pérdida total del núcleo aumentará.

También se ha descubierto que la forma de las partículas del núcleo influye en los resultados, por ejemplo, en la resistividad. El uso de partículas irregulares proporciona una densidad aparente más baja y una resistividad más baja, que si las partículas tuvieran una forma menos irregular y más suave. Así, de acuerdo con la presente invención, se prefieren las partículas que son nodulares, es decir partículas irregulares redondeadas o partículas esféricas o casi esféricas. Como la alta resistividad se tornará más importante para los componentes que trabajan a altas frecuencias, donde se utilizan preferiblemente polvos que tienen un tamaño de partícula más fino (como mallas 100 y 200), la "alta AD" se torna más importante para estos polvos.

Cantidades de las partículas

La composición de la presente invención contiene las partículas A y B con sus respectivas capas de recubrimiento. La cantidad del total de partículas A y B (incluyendo su(s) capa(s) de recubrimiento), respecto al peso total de la composición, es preferiblemente de 85% en peso o más, más preferiblemente de 90% en peso o más, aún más preferiblemente de 95% en peso o más, tal como de 98% en peso o más, y puede ser de hasta 100% en peso.

La cantidad de partículas B, incluyendo su(s) capa(s) de recubrimiento, es preferiblemente de 5 a 50 % en peso, más preferiblemente de 10 - 40 % en peso, respecto al peso total de las partículas A y B (es decir, [B]/[B+A] x 100 = 5 - 50, preferiblemente 10 - 40). También puede ser de 20 a 40 % en peso. La relación de peso de las partículas es preferiblemente de 95:5 a 50:50, preferiblemente de 90:10 a 60:40, y lo más preferiblemente de 80:20 a 60:40. expresada como [A]:[B].

Además de las partículas A y B, incluyendo su(s) capa(s) de recubrimiento, la composición puede contener opcionalmente además aditivos, tales como lubricantes.

La cantidad de lubricante es preferiblemente inferior al 1 % en peso o menos, en relación con el peso total de la composición, más preferiblemente inferior al 0.7% en peso o lo más preferiblemente inferior al 0.5% en peso o menos.

Tamaño de los núcleos de las partículas

Si bien los tamaños de partícula de las partículas A y B no están restringidos y también están determinados por el uso previsto de la parte fabricada, se prefiere que la mediana (en peso) de tamaño de partícula de los núcleos de las partículas A y B, Dw50, sea 250 micrómetros o menos, más preferiblemente 75 micrómetros o menos, tal como 45 micrómetros o menos.

Primera capa (inorgánica) A1/B1 de recubrimiento

Cada uno de los núcleos que forman las partículas A y B están provistos de una primera capa, A1 respectivamente B1, aislante inorgánica. Los procedimientos para formar dichos recubrimientos se describen, por ejemplo, en el documento WO 2009/116 938 A1.

Las capas A1 y B1 están basadas en fósforo, lo que significa que contienen P en una cantidad de al menos 5 % atómico, preferiblemente al menos 8 % atómico o más, y más preferiblemente 10 % atómico o más, expresado como P elemental y determinado por un procedimiento habitual tal como ESCA o XPS. El fósforo está presente preferiblemente en forma de fosfato, difosfato o polifosfato, en cuyo caso los cationes se seleccionan preferiblemente entre protones, metales alcalinos y metales alcalinotérreos, preferiblemente protones, sodio y potasio.

Esta primera capa A1/B1 de recubrimiento puede obtenerse tratando las respectivas partículas núcleo con ácido fosfórico disuelto en agua o en solventes orgánicos. En el solvente a base de agua se añaden opcionalmente inhibidores de oxidación y tensioactivos. Un procedimiento preferido para recubrir las partículas de polvo a base de hierro es descrito en el documento US 6348265. El tratamiento puede realizarse una sola vez, pero también puede repetirse. La capa A1/B1 de recubrimiento a base de fósforo preferiblemente no contiene ninguna adición como dopantes, inhibidores de óxido o tensioactivos. El recubrimiento A1/B1 es un recubrimiento aislante. Opcionalmente, el recubrimiento puede neutralizarse mediante tratamiento con una base adecuada.

La cantidad de fósforo en las capas A1 y B1 puede estar entre 0.01 y 0.15 % en peso de toda la composición.

Segunda capa A2/B2 de recubrimiento

La capa A2, que se encuentra sobre la primera capa A1 aislante inorgánica a base de fósforo de las partículas A, es una capa que está formada por un compuesto de la siguiente Fórmula (I) general, o un producto de reacción del mismo. En el presente documento, el término "producto de reacción" significa un producto que se obtiene por reacción de una molécula de un compuesto de la fórmula (I) con otra molécula de un compuesto de la fórmula (I) y/o la capa A1 o B1, y los ejemplos del producto de reacción incluyen un condensado parcial o total del mismo.

$$M(OR_1)_x(R_2)_y \qquad \text{Fórmula (I)}$$

En la Fórmula (I), M se selecciona entre Si, Ti, Al o Zr; preferiblemente Si o Ti, y más preferiblemente Si; R_1 es un grupo alquilo que tiene 4 o menos, preferiblemente 3 o menos átomos de carbono, y más preferiblemente un grupo etilo - C_2H_5 o un grupo metilo -CH_3.

R_2 es un grupo orgánico que contiene opcionalmente un grupo funcional, y preferiblemente R2 incluye 1 - 14, más preferiblemente de 1 a 8 átomos de carbono, además preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono, tal como de 1 a 3 átomos de carbono. El grupo R_2 puede ser lineal, ramificado, cíclico o aromático, y es preferiblemente un grupo alquilo lineal o ramificado.

En una realización, el grupo funcional opcional de R2 está presente, y luego se selecciona preferiblemente de grupos que incluyen uno o más heteroátomos seleccionados del grupo que consiste en N, O, S, P y átomos de halógeno, siendo preferidos N, O, S y P. Los ejemplos de dichos grupos incluyen amina, diamina, amida, imida, epoxi, mercapto, disulfuro, cloroalquilo, hidroxilo, óxido de etileno, ureido, uretano, isocianato, acrilato, acrilato de glicerilo, carboxilo, carbonilo y aldehído.

Además, x + y son números enteros que denotan el número de grupos OR_1 y R_2, respectivamente, que se seleccionan para satisfacer la valencia de M. En caso de que M sea Si, Zr o Ti, (x+y) = 4, y si M es Al, entonces (x+y) = 3.

En el caso de que M sea Si, Zr o Ti, x se elige entre 1, 2 y 3, e y se elige entre 1, 2 y 3, con la condición de que (x+y)=4; mientras que en el caso de que M sea Al, x se elige entre 1 y 2, e y se elige entre 1 y 2, con la condición de que (x+y)=3.

En lo sucesivo, la capa es denominada como capa A2. En una realización, la capa A2 puede formarse únicamente sobre las partículas A que tienen la capa A1 aislante, pero no sobre las partículas B que tienen la capa B1 de recubrimiento ("Realización 1"). En otra realización (también denominada "Realización 2"), una capa que está formada por un compuesto de la Fórmula (I) general, o un producto de reacción del mismo, tal como un condensado parcial o total del mismo, opcionalmente junto con Partículas C, también está presente en la capa B1 de las partículas B, y en este caso la capa se denomina capa B2 (véase la Figura 1). La descripción y definición de la capa B2 es por tanto la misma que la de la capa A2, distinguiéndose en este caso las partículas A y B por sus diferentes núcleos. Las capas A2 y B2 pueden formarse a partir del mismo compuesto simultáneamente, tratando una mezcla de partículas A que tienen la capa A1 y partículas B que tienen la capa B1 con un compuesto de la fórmula (I)), pero también pueden formarse por separado utilizando diferentes compuestos de la fórmula (I) o productos de reacción de los mismos para formar las capas A2 y B2, respectivamente.

La capa A2, y la capa B2 opcional, pueden formarse a partir de un compuesto de la Fórmula (I) y Partículas C, aunque también pueden formarse al menos en parte mediante una reacción de (poli)condensación del producto de la Fórmula (I), encapsulando de ese modo las Partículas C. Por ejemplo, si el compuesto de la Fórmula (I) es trimetoxi aminopropil silano, la capa puede formarse mediante un (poli)condensado del mismo que se forma bajo la formación de alcohol (metanol en este caso). Un producto de reacción de este tipo contiene preferiblemente de 2 a 50, y más preferiblemente de 2 a 20 átomos M en una molécula. En dicha reacción de (poli)condensación, los grupos OR1 se eliminan liberando HOR1, dejando un enlace M-O-M (2 átomos M en el (poli)condensado). En el caso de que haya 3 átomos M en el policondensado, se forma un enlace M-O-M-O-M, etc. En este caso, cada M todavía lleva grupos R_2 presentes en el material de partida.

En caso de que M sea Si, Ti o Zr y x =2 e y = 2, se forma una molécula lineal que tiene una pluralidad de enlaces M-O-M, tales como M-O-M-O-M-O-M. Los grupos R2 permanecen, por lo que el compuesto puede representarse por $(H \text{ o } R_1)O\text{-}M(R_2)_2\text{-}O\text{-}(MR_2)_2\text{-}O\text{-}(MR_2)_2\text{-}$. En el caso de que M sea Si, Ti o Zr y x =3 e y = 1, se forma una red tridimensional de polisiloxano, en donde cada M todavía lleva un grupo R_2.

En cada uno de estos casos, los grupos R1 y R2 pueden ser diferentes entre sí. Además, si ambas partículas A y B contienen las capas A2 y B2 respectivas, las capas pueden estar formadas a partir del mismo compuesto de la fórmula (I) o un producto de reacción del mismo, o pueden estar formadas a partir de diferentes compuestos de la fórmula (I) o productos de reacción de los mismos.

Para poder formar condensado, pueden ser beneficiosas trazas de agua u otro agente capaz de iniciar o catalizar la reacción de condensación. Dicha agua puede estar presente en las partículas sobre las que se va a formar la capa A2 de recubrimiento, y opcionalmente B2, por ejemplo, en presencia de agua fisisorbida presente en el recubrimiento A1 o B1 que contiene fósforo. Además, las capas A1 y B1 que contienen fósforo están basadas típicamente en fosfatos o ácidos fosfóricos que contienen grupos PO_4^{3-}, que pueden ser neutralizados total o parcialmente por protones. Sin querer estar atados por la teoría, se cree que estos grupos pueden iniciar una reacción, tal como reaccionar con el compuesto de la Fórmula (I) para formar un enlace P-O-M. Por ejemplo, un grupo P-OH en la capa A1 o B1 que contiene fósforo, puede reaccionar con un grupo OR1 eliminando HO-R1 y formando un enlace P-O-M, fijando así la capa A2 (y B2, si está presente) a la capa A1 o B2, respectivamente. Puede encontrarse más información sobre la formación de las capas A2 y B2 de recubrimiento en el documento WO 2009/116938 A1, que se incorpora por la presente como referencia en su totalidad.

En una realización, el compuesto de la fórmula (I) se selecciona entre trialcoxi y dialcoxi silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos. En una realización, la capa A2 y/o B2 comprende un oligómero de un compuesto de la fórmula (I) seleccionado entre oligómeros de alquilo/alcoxi terminados en alcoxi de silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos. En este caso, el átomo central (preferiblemente Si) incluye preferiblemente un grupo amina como sustituyente en un grupo alquilo (es decir, R2 es una alquilamina).

Ambas partículas A y B tienen una primera capa A1 y B1 de recubrimiento, respectivamente, como se muestra arriba. Las partículas A tienen además una segunda capa de recubrimiento, A2, que está dispuesta sobre la capa A1. Las partículas B tienen opcionalmente una segunda capa de recubrimiento, B2, que se proporciona sobre la capa B1.

En una realización, ambas partículas A y B tienen la capa A2 y B2 de recubrimiento, respectivamente, mientras en otra realización solo las partículas A tienen la capa A2 de recubrimiento. En este caso, las partículas B, al no tener la capa B2 de recubrimiento, tienen como capa más externa la capa B1 aislante. De otro modo, la capa A2 (y B2, si está presente) es típicamente la capa más externa de las partículas A y B, en donde las partículas C se incorporan en o se adhieren a la capa A2 y opcionalmente B2.

El compuesto de la Fórmula (I) también puede seleccionarse entre derivados, productos intermedios u oligómeros de silanos, siloxanos y silsesquioxanos, en donde M es Si, o los titanatos, aluminatos o zirconatos correspondientes, en donde M es Ti, Al y Zr, respectivamente, o mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización, la capa A2 y opcionalmente B2 está formada por un compuesto de la Fórmula (I). La capa contiene así un compuesto de la Fórmula (I), y/o un producto de reacción del mismo con la capa A1/B1 subyacente aislante a base de fósforo.

De acuerdo con otra realización, la capa A2 y/o B2 contiene un producto de reacción de un compuesto de la Fórmula (I) en sí mismo, es decir, un producto de reacción de una molécula de un compuesto de la fórmula (I) con otra molécula de un compuesto de la fórmula (I). En este caso, el número de átomos M de metal por molécula del producto de reacción es 2 o mayor, pero preferiblemente 5 o mayor, y 50 o menor, preferiblemente 20 o menor. Este producto de reacción es un policondensado de dos o más compuestos de la Fórmula (I) en donde los compuestos pueden ser iguales o diferentes entre sí.

En una realización, la capa A2 y/o B2 puede tener una composición homogénea, lo que significa que toda la capa está formada, por ejemplo, por un compuesto de la Fórmula (I), o alternativamente por un polímero del mismo. En otra realización, la capa A2 y/o B2 puede estar formada por dos o más subcapas que tienen diferentes composiciones. Por ejemplo, la capa A2 y/o B2 puede incluir dos o más subcapas. En este caso, la capa directamente sobre la capa aislante a base de fósforo aislante puede estar formada únicamente por el compuesto de la Fórmula (I), mientras que una subcapa adicional encima de esta capa puede estar formada por un oligómero o polímero del compuesto de la Fórmula (I). La relación en peso de la subcapa que incluye el compuesto de la Fórmula (I) y la capa del oligómero o polímero del mismo puede tomar cualquier valor, pero preferiblemente está entre 1:0 y 1:2, y más preferiblemente entre 2:1-1:2.

Si hay dos o más compuestos de la Fórmula (I), o productos de reacción de los mismos, su funcionalidad química no es necesariamente la misma.

El compuesto de la Fórmula (I) se selecciona en una realización del grupo de trialcoxi y dialcoxi silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos, y los ejemplos incluyen 3-aminopropil-trimetoxisilano, 3-aminopropiltrietoxisilano, 3-aminopropil-metil-dietoxisilano, N-aminoetil-3-aminopropil-trimetoxisilano, N-aminoetil-3-aminopropil-metil-dimetoxisilano, 1,7-bis(trietoxisilil)-4-azaheptano, propil-trimetoxisilano con funcionalidad triamino, 3-ureidopropil-trietoxisilano, 3-isocianatopropiltrietoxisilano, tris(3-trimetoxisililpropil)-isocianurato, 0-(propargiloxi)-N-(trietoxisililpropil)-uretano, 1-aminometil-trietoxisilano, 1-aminoetil-metil-dimetoxisilano, o mezclas de los mismos. Estos tipos de compuestos pueden obtenerse comercialmente de empresas tales como Evonik Ind., Wacker Chemie AG, Dow Corning, Mitsubishi Int. Corp., Famas Technology Sàrl, etc.

Un oligómero o polímero del compuesto de la Fórmula (I) puede seleccionarse entre oligómeros de alquil-alcoxi-terminados en alcoxi de silanos, titanatos, aluminatos o zirconatos. El oligómero puede seleccionarse así entre amino-silsesquioxanos terminados en metoxi, etoxi o acetoxi, amino-siloxanos, 3-aminopropil-metoxi-silano oligomérico, 3-aminopropil/propil-alcoxi-silanos, N-aminoetil-3-aminopropil-alcoxi-silanos o N-aminoetil-3-aminopropil/ metil-alcoxi-silanos o mezclas de los mismos.

La cantidad total de la capa A2 y B2, si está presente, no está particularmente limitada, pero puede ser, por ejemplo, 0.05-0.8 %, o 0.05-0.6 %, o 0.1-0.5 %, o 0.2-0.4%, o 0.3-0.5% en peso de toda la composición.

En todas las realizaciones mencionadas anteriormente se incluye la adición de Partículas C hechas de un metal o semimetal, o compuesto del mismo, que tenga una dureza Mohs de 3.5 o menos, preferiblemente 3.0 o menos. Las Partículas C tienen preferiblemente una mediana en peso del tamaño D_w50 de partícula de 5 µm o menos, más preferiblemente 3 µm o menos, y lo más preferiblemente 1 µm o menos. La dureza de Mohs del compuesto particulado metálico o semimetálico es preferiblemente 3.0 o menos, más preferiblemente 2.5 o menos. SiO_2, Al_2O_3, MgO y TiO_2 son abrasivos y tienen una dureza Mohs muy superior a 3.5 y, por lo tanto, no están incluidos en la invención. Los compuestos abrasivos, incluso en forma de partículas de tamaño nanométrico, pueden provocar daños irreversibles al recubrimiento eléctricamente aislante, dando lugar a una expulsión deficiente y a peores propiedades magnéticas y/o mecánicas del componente tratado térmicamente.

Los ejemplos del material de las partículas C incluyen los grupos: compuestos a base de plomo, indio, bismuto, selenio, boro, molibdeno, manganeso, tungsteno, vanadio, antimonio, estaño, zinc y cerio, y pueden usarse uno o más de los mismos. También se pueden utilizar los respectivos metales per se.

Las partículas C pueden estar constituidas por un óxido, hidróxido, hidrato, carbonato, fosfato, fluorito, sulfuro, sulfato, sulfito, oxicloruro, o una mezcla de los mismos, de los metales indicados anteriormente. De acuerdo con una realización preferida, las partículas C están hechas de bismuto u óxido de bismuto (III).

Otros ejemplos de partículas C incluyen metales alcalinos o alcalinotérreos, así como sales de los mismos, como los carbonatos. Los ejemplos preferidos incluyen carbonatos de calcio, estroncio, bario, litio, potasio o sodio.

El metal o semimetal o compuesto del mismo como Partículas C, está presente en el material compuesto en el intervalo de hasta 0.8%, tal como 0.05-0.6%, o más preferiblemente 0.1-0.5%, o lo más preferiblemente 0.15-0.4% en peso de la composición.

Las partículas C se adhieren a, o se incorporan en, al menos una de las capas más externas de las partículas A y/o B, es decir hacia o en la capa A2 y/o B2. En una realización, sólo la capa más externa de las partículas A contiene las partículas C, incorporadas o adheridas a ella. En otra realización, ambas partículas A y B contienen las partículas C, incorporadas o adheridas a ellas.

Las partículas C están hechas de un metal o semimetal, incluyendo por ejemplo el boro. Esto incluye también compuestos (como sales) del respectivo metal o semimetal, así como aleaciones del metal o semimetal.

A diferencia de muchos procedimientos utilizados y propuestos, en los que se desean bajas pérdidas de núcleo, una ventaja especial de la presente invención es que no es necesario utilizar ningún agente aglutinante orgánico en la composición del polvo, composición del polvo que se compacta posteriormente en la etapa de compactación. Por lo tanto, el tratamiento térmico del material compactado verde se puede realizar a una temperatura más alta, sin el riesgo de que se descomponga el agente aglutinante orgánico; una temperatura de tratamiento térmico más alta también mejorará la densidad de flujo y disminuirá las pérdidas del núcleo. La ausencia de material orgánico en el núcleo final tratado térmicamente también permite que el núcleo se utilice en ambientes con temperaturas elevadas, sin riesgo de disminución de la resistencia debida al ablandamiento y descomposición de un aglutinante orgánico, y de esta manera se logra una mejor estabilidad frente a la temperatura.

No obstante, en una o más de las realizaciones mencionadas anteriormente, se puede añadir un lubricante particulado a la composición. El lubricante particulado puede facilitar la compactación, sin necesidad de aplicar lubricación a las paredes. El lubricante particulado puede seleccionarse del grupo que consiste en amidas primarias y secundarias de ácidos grasos, transamidas (bisamidas) o alcoholes de ácidos grasos. La unidad estructural lubricante del lubricante particulado puede ser una cadena saturada o insaturada que contiene entre 12-22 átomos de carbono. El lubricante particulado puede seleccionarse preferiblemente entre estearamida, erucamida, estearil-erucamida, erucilestearamida, alcohol behenílico, alcohol erucílico, etilen-bisestearamida (es decir, EBS o cera de amida). Un lubricante preferido es un lubricante compuesto particulado, que comprende un núcleo que contiene entre 10 - 60 % en peso de al menos una amida primaria de ácido graso que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y entre 40-90 % en peso de al menos una bisamida, comprendiendo dichas partículas lubricantes también nanopartículas de al menos un óxido metálico adheridas al núcleo. En el documento WO2010/062250 se divulgan ejemplos de dichos lubricantes compuestos particulados, el cual es incorporado por la presente como referencia en su totalidad, y los lubricantes divulgados en el presente documento se utilizan en una realización de la presente invención. Los lubricantes preferidos de este documento también son lubricantes preferidos en la presente invención.

El lubricante particulado puede estar presente en una cantidad de 0.1-0.6 %, o 0.2-0.4 %, o 0.3-0.5 %, o 0.2-0.6 % en peso de la composición.

Proceso de preparación de la composición

El proceso para la preparación de la composición de acuerdo con la invención comprende: recubrir las partículas de núcleo a base de hierro magnético blando y partículas de Fe-Si , cada una de ellas preferiblemente producida y tratada para obtener una densidad aparente de 3.2-3.7 g/ml, con un compuesto a base de fósforo para obtener una capa A1 y B1 aislante a base de fósforo, dejando la superficie de las partículas A y B de núcleo aislada eléctricamente. Los recubrimientos A1 y B1 pueden formarse sobre una mezcla de las partículas de núcleo a base de hierro y las partículas de núcleo de Fe-Si, o pueden formarse por separado sobre las partículas de núcleo.

Las partículas A de núcleo recubiertas que tienen la capa A1, y opcionalmente las partículas B que tienen la capa B1, se mezclan luego a) con un compuesto de la fórmula (I), o un producto de reacción del mismo, y Partícula C que tiene una dureza Mohs de menos de 3.5 como se divulgó anteriormente, para formar una capa A2 de recubrimiento y opcionalmente B2. Si se utiliza una mezcla de las partículas A que tienen la capa A1 y las partículas B que tienen la capa B1, las capas A2 y B2 se formarán sobre las partículas respectivas. Si se desea formar la capa del compuesto de la Fórmula (I) únicamente sobre las partículas A que tienen la capa A1, la formación de la capa A2 se efectúa antes de mezclar las partículas. Naturalmente también es posible suministrar las capas A2 y B2 por separado antes de la mezcla, y de esta manera se pueden formar capas A2 y B2 de recubrimiento con diferentes composiciones.

El proceso comprende opcionalmente además mezclar las partículas obtenidas, o su mezcla, con un lubricante como se definió anteriormente.

Proceso para producir componentes magnéticos blandos

El proceso para la preparación de materiales compuestos magnéticos blandos de acuerdo con la invención comprende: compactar uniaxialmente la composición de acuerdo con la invención en un troquel a una presión de compactación de al menos aproximadamente 600 MPa, preferiblemente superior a 1000 MPa pero no superior a 1200 MPa; opcionalmente precalentar el troquel a una temperatura inferior a la temperatura de fusión del lubricante añadido opcionalmente; opcionalmente precalentar el polvo a entre 25-100°C antes de la

compactación; expulsar el cuerpo verde obtenido; y opcionalmente tratar térmicamente el cuerpo. En este caso, la temperatura máxima debería ser de 800 °C o menos, para evitar la descomposición o el deterioro de las capas de recubrimiento de partícula, y preferiblemente es de 750°C o menos.

El proceso de tratamiento térmico puede realizarse al vacío, en una atmósfera inerte no reductora (como nitrógeno o argón) o en atmósferas débilmente oxidantes, por ejemplo, de 0.01 a 3 % en volumen de oxígeno. Opcionalmente el tratamiento térmico se realiza en atmósfera inerte y posteriormente se expone rápidamente a una atmósfera oxidante. La temperatura puede ser de hasta 800°C, pero preferiblemente es de 750°C o menos, o incluso de 700 °C o menos.

Las condiciones del tratamiento térmico deberán permitir que el lubricante, si se utiliza, se evapore lo más completamente posible. Esto se obtiene normalmente durante la primera parte del ciclo de tratamiento térmico, por encima de aproximadamente 150-500°C, preferiblemente por encima de aproximadamente 250 a 500°C. A temperaturas más altas, el compuesto C (componente metálico o semimetálico) puede reaccionar con el compuesto de la Fórmula (I) y formar parcialmente una red. Esto puede mejorar aún más la resistencia mecánica, así como la resistividad eléctrica del componente. A temperatura máxima (que está preferiblemente en el intervalo de 550-750°C, más preferiblemente 600-750°C, aún más preferiblemente 630-700°C, tal como 630-670°C), el material compacto puede alcanzar una liberación completa de tensión en la cual se minimiza la coercitividad y, por lo tanto, la pérdida por histéresis del material compuesto.

El material compuesto magnético blando compactado y tratado térmicamente, preparado de acuerdo con la presente invención tiene preferiblemente un contenido de fósforo entre 0.01-0.15 % en peso del componente, un contenido de M añadido (preferiblemente Si) al polvo base entre 0.02-0.12 % en peso del componente, y si se añade Bi como partículas C, en forma de un material particulado metálico o semimetálico que tiene una dureza Mohs inferior a 3.5, el contenido de Bi puede estar entre 0.05-0.35 % en peso del componente.

El núcleo magnético obtenido puede caracterizarse por bajas pérdidas totales en el intervalo de frecuencia de 2-100 kHz, normalmente 5-100 kHz, de aproximadamente menos de 41 W/kg a una frecuencia de 20 kHz y una inducción de 0.1T. Además, una resistividad, ρ, mayor que 2000, preferiblemente mayor que 4000 y lo más preferiblemente mayor que 6000 μΩm, y una densidad Bs de flujo magnético de saturación mayor que 1.1, preferiblemente mayor que 1.2 y lo más preferiblemente mayor que 1.3T. Además, la coercitividad a 10 000 A/m deberá ser inferior a 240 A/m, preferiblemente inferior a 230 A/m, lo más preferiblemente inferior a 200 A/m y la polarización DC no será inferior al 50% a 4000 A/m.

Ejemplos

Los ejemplos pretenden ilustrar realizaciones particulares y no deberían interpretarse como una limitación del alcance de la invención. A menos que se indique de otro modo, la evaluación del rendimiento magnético y la resistencia del material de los componentes se llevaron a cabo de la siguiente manera:

Las muestras para evaluación magnética se compactaron en toroides con un diámetro interno de 45 mm, un diámetro exterior de 55 mm y una altura de 5 mm; mientras, las barras TRS de acuerdo con SS-EN ISO 3325:2000 se compactaron para evaluar la resistencia del material. Durante la compactación, el troquel de la herramienta se precalentó opcionalmente a 80°C. El tratamiento térmico de los componentes compactados se realizó en una secuencia de dos pasos con un paso de activación inicial mantenido a 430°C durante 30 minutos y un paso de relajación posterior mantenido a 675°C durante 25 minutos. Ambos pasos se llevaron a cabo en nitrógeno con una pequeña cantidad de oxígeno (2500-7500 ppm de O_2, preferiblemente la cantidad fue de 5000 ppm de O_2).

Para las mediciones de Inducción, B y coercitividad, los anillos fueron "cableados" con 100 vueltas para el circuito primario y 100 vueltas para el circuito secundario, lo que permitió realizar mediciones de propiedades magnéticas (pérdida de núcleo con DC y baja frecuencia, medidas a 1T; 50 - 1000 Hz) con la ayuda de un histeresísgrafo, Brockhaus MPG 200. Para las mediciones de pérdida de núcleo con alta frecuencia, los anillos fueron "cableados" con 100 vueltas para el circuito primario y 20 vueltas para el circuito secundario, y luego medidos con la ayuda del Laboratorio Elettrofisico Engineering srl, instrumento AMH-200 (medido a 0.05, 0.1 y 0.2 T; 2 - 50 kHz). Los TRS verdes se midieron de acuerdo con SS-EN-23995.

Ejemplo 1

Ejemplo 1

Un polvo de hierro atomizado con agua pura que tiene un contenido de hierro superior al 99.5% en peso y un tamaño de partícula medio de aproximadamente 45μm. Luego, el polvo se trató con una solución que contenía fósforo de acuerdo con el documento WO2008/069749. La solución de recubrimiento se preparó disolviendo 30 ml de ácido fosfórico al 85 % en peso en 1 000 ml de acetona, y luego se utilizaron 30 ml - 60 ml de solución de acetona por cada 1000 gramos de polvo. Después de mezclar la solución de ácido fosfórico con el polvo metálico, la mezcla se dejó secar. Opcionalmente, el polvo se mezcló una segunda vez con 10 ml - 40 ml de solución de acetona y luego se dejó secar.

A continuación, el polvo recubierto se mezcló aún más mediante agitación con 0.25% en peso de un aminoalquil-trialcoxi silano (Dynasylan®Ameo) y, a continuación, 0.15 % en peso de un oligómero de un aminoalquil/alquil-alcoxi silano (Dynasylan®1146), ambos producidos por Evonik Ind, para formar partículas A que tienen una capa A1 y una capa adicional que está formada por dos subcapas. La composición se mezcló además con 0.3% en peso de un polvo fino de óxido de bismuto (III) como partículas C para formar finalmente la capa A2. Este Polvo tratado se llama Aa y es un ejemplo de Partículas A.

El Fe-Si atomizado con gas (con 6.5 % en peso de Si) se trató por separado con una solución que contenía fósforo de acuerdo con el documento WO2008/069749, para formar partículas B que tienen la capa B1. La solución de recubrimiento se preparó disolviendo 30 ml de ácido fosfórico al 85 % en peso en 1 000 ml de acetona, y luego se utilizaron entre 10 ml - 40 ml de la solución de acetona por cada 1000 gramos de polvo. Después de mezclar la solución de ácido fosfórico con el polvo metálico, la mezcla se dejó secar. El polvo se mezcló una segunda vez con 10 ml - 40 ml de la solución de acetona y luego se dejó secar. Este polvo se llama Ba y es un ejemplo de Polvo B.

Los dos polvos que contenían partículas Aa y Ba se utilizaron luego como Muestras 1, 2 y 3. Aquí la Muestra 1 es 100% Aa, la muestra 2 es solo 100%Ba y la Muestra 3 es una mezcla de 70% en peso de Aa y 30% en peso de Ba. Cada una de las muestras 1, 2 y 3 se mezcló con un lubricante particulado, Lubr1 (una cera de amida), antes de la compactación. La cantidad de lubricante utilizada fue del 0.4 % en peso de la composición.

Ejemplo 2

Todas las muestras del Ejemplo 1 se compactaron a 1000 MPa con el troquel de la herramienta precalentado a 80°C y luego los materiales compactados se trataron térmicamente como se describió anteriormente.

Tabla 1

Muestra	TRS verde [Mpa]	B @ 10kA/m [T]	Hc @ 10kA/m [A/m]	Pérdida de núcleo@0,1T y 10kHz [W/kg]
1	10	1.35	196.0	18.5
2	2	no procesable	no procesable	no procesable
3	7	1.29	169.0	16.3

Como se observa en la Tabla 1, una mezcla de partículas A y B tiene menor coercitividad y, por lo tanto, produce una pérdida baja. La muestra 3 tiene una resistividad de >10000; μmax 210; B@10kA/m (1.33T); Pérdida de Núcleo @1T 100 Hz (8.5W/kg); Pérdida de Núcleo@0.1T 10 kHz (16 W/kg); y Pérdida de Núcleo@0.1T 20 kHz (33 W/kg). Sin embargo, el polvo de Fe-Si atomizado con gas puro (muestra 2) no se puede compactar a una presión de compactación tan baja. La resistencia mecánica de la Muestra 2 es demasiado débil, cuando la muestra se expulsa de la herramienta de compactación (troquel), se romperá.

Como se observa en la Figura 2, la polarización DC del material medida a 4000 A/m y 50 kHz mejora en un 10 % mediante la adición de 30% en peso de Ba a Aa.

Ejemplo 3 – Aumento de la resistencia en verde

Los polvos que contienen partículas Aa y Ba recubiertas, obtenidos como se describe en el Ejemplo 1, se mezclaron en el intervalo de 10 - 50 % en peso de Ba en Aa. Cada una de estas mezclas se mezcló luego con un lubricante particulado, Lub A (una cera de amida) o Lub B (un lubricante compuesto de acuerdo con el documento WO 2010/062250), antes de la compactación. La cantidad de lubricante utilizada fue del 0.4 % en peso de la composición.

Luego, cada composición se compactó a 1000 y 1200 MPa con temperaturas de troquel de 60, 80 °C y temperatura ambiente para las mezclas que contenían Lub A; y temperaturas de troquel de 60, 80 y 100 °C para las mezclas que contenían Lub B. Luego, los componentes compactados se trataron térmicamente y se evaluaron como se describió anteriormente.

Como se observa en las Figuras 3 y 4, la adición de Lubr2 mejora significativamente la resistencia en verde de los componentes compactados. Las resistencias mecánicas obtenidas utilizando Lubr1 como lubricante permitirán el procesamiento de materiales con hasta un 50% en peso de Ba a presiones de compactación moderadas (1000-1200 Mpa

Ejemplo 4 – Cantidad óptima de FeSi en la mezcla.

Polvos que contienen partículas A y B recubiertas, obtenidas como se describe en el Ejemplo 1, mezcladas en el intervalo de 10 - 50 % en peso de Ba en Aa. Cada una de estas mezclas se mezcló luego con un lubricante particulado, Lub A o Lub B, antes de la compactación. La cantidad de lubricante utilizada fue del 0.4 % en peso de la composición.

Cada composición se compactó a 800, 1000 y 1200 MPa con una temperatura de troquel de 80 °C. Los componentes compactados se trataron luego térmicamente y se evaluaron como se describió anteriormente.

Como se observa en la Figura 5, la adición de Ba a Aa mejora inicialmente las pérdidas del núcleo, especialmente a bajas frecuencias. Sin embargo, está claro que existe una composición óptima alrededor de 40 % en peso de Ba añadido. Para cantidades mayores de Ba agregadas, la disminución en la pérdida de núcleo se pierde casi por completo, en comparación con el Aa puro.

Ejemplo 5

Este ejemplo muestra el beneficio de utilizar Fe-Si atomizado con Gas, en comparación con el polvo de Fe-Si atomizado con Agua equivalente.

Un polvo de Fe-Si similar al del Ejemplo 1, con la única diferencia de que el polvo se produjo mediante atomización de agua, fue tratado de acuerdo con el proceso descrito en el Ejemplo 1. Este polvo fue denominado Ca.

La muestra 4 se produjo mezclando 70% de Aa y 30% de Ca. La muestra 4 se mezcló además con 0.4% de Lubr1 antes de la compactación.

La compactación, el tratamiento térmico y la prueba de la muestra obtenida se realizaron de acuerdo con el Ejemplo 2.

La siguiente tabla 2 muestra el resultado de la prueba de la muestra 4, en comparación con los resultados obtenidos para la muestra 1.

Tabla 2

Muestra	TRS verde [Mpa]	B @ 10kA/m [T]	Hc @ 10kA/m [A/m]	Pérdida de núcleo@0.1T y 10kHz [W/kg]
3	7	1.29	169.0	16.3
4	9	1.30	195.0	18.8

La Tabla 2 muestra que se registró alguna mejora en la resistencia en verde para la muestra 4, en comparación con la muestra 3. Sin embargo, la coercitividad @ 10 kA/m y la pérdida de núcleo @0.1 T y 10 kHz se deterioraron.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende partículas A y partículas B, comprendiendo cada una de las partículas A y B un núcleo, siendo el núcleo de las partículas A un núcleo a base de hierro magnético blando, en donde el contenido de hierro es del 95% en peso o más, siendo el resto cualquier material o elemento distinto del silicio (Si),

en donde la superficie de cada núcleo de las partículas A y B está recubierta con una capa A1 respectivamente B1 aislante que contiene fósforo,

y en donde las partículas A que tienen la capa A1 de recubrimiento aislante están provistas de una capa A2 adicional sobre de la capa A1, formándose la capa A2 a partir de un compuesto de la fórmula (I), o un producto de reacción del mismo:

$$M(OR_1)_x(R_2)_y \qquad \text{Fórmula (I)}$$

donde M se selecciona entre Si, Ti, Al o Zr; preferiblemente Si o Ti, y más preferiblemente Si,

R_1 es un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 4 o menos, preferiblemente 3 o menos átomos de carbono, preferiblemente un grupo etilo o un grupo metilo;

R_2 es un grupo orgánico que contiene opcionalmente un grupo funcional, y

x + y son números enteros que denotan el número de grupos OR_1 y R_2, respectivamente, y si M es Si, Zr o Ti, x se elige entre 1, 2 y 3, e y se elige entre 1, 2 y 3, con la condición de que (x+y)=4; y

si M es Al, entonces x se elige entre 1 y 2, e y se elige entre 1 y 2, con la condición de que (x+y)=3;

y en donde las partículas A comprenden además partículas C que están adheridas a la capa A2 o que están incorporadas en la capa A2, siendo las partículas C partículas de un material que tiene una dureza Mohs de 3.5 o menos;

caracterizado porque:

- el núcleo de las partículas B está formado por una aleación de Fe-Si, en donde la cantidad de Si es de 4.0 a 7.0 % en peso, estando formado el resto por Fe e impurezas inevitables en una cantidad de 0.2% en peso o menos,

- las partículas núcleo de las partículas A tienen una densidad aparente de 3.2-3.7 g/ml según la clasificación por tamizado en seco,

- y en donde la relación de peso de las partículas A y B (A:B) es de 80:20 a 60:40.

2. Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde

las partículas B están provistas de una capa B2 sobre la capa B1, estando formada la capa B2 a partir de un compuesto de la fórmula (I), o un producto de reacción del mismo :

$$M(OR_1)_x(R_2)_y \qquad \text{Fórmula (I)}$$

en donde M se selecciona entre Si, Ti, Al o Zr; preferiblemente Si o Ti, y más preferiblemente Si,

R_1 es un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 4 o menos, preferiblemente 3 o menos átomos de carbono, preferiblemente un grupo etilo o un grupo metilo;

R_2 es un grupo orgánico que contiene opcionalmente un grupo funcional, y

x + y son números enteros que denotan el número de grupos OR_1 y R_2, respectivamente, y si M es Si, Zr o Ti, x se elige entre 1, 2 y 3, e y se elige entre 1, 2 y 3, con la condición de que (x+y)=4; y

si M es Al, entonces x se elige entre 1 y 2, e y se elige entre 1 y 2, con la condición de que (x+y)=3.

y en donde opcionalmente las partículas B contienen partículas C que están adheridas o incorporadas en la capa B2.

3. Composición de acuerdo con la reivindicación 1 o reivindicación 2, en donde las partículas núcleo de las partículas A tienen una densidad aparente de 3.3-3.7 g/ml, preferiblemente de 3.3-3.6 g/ml, preferiblemente de 3.35-3.6 g/ml; por ejemplo, de 3.4-3.6 g/ml, de 3.35-3.55 g/ml o de 3.4-3.55 g/ml. y las partículas B tienen una densidad aparente de 3.0-5,5 g/ml, preferiblemente de 3.5-5.5 g/ml, preferiblemente de 4.0-5.0 g/ml; o más preferiblemente de 4.3- 4.8 g/ml.

4. Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde dicha composición en polvo comprende además un lubricante.

5. Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde la capa A2 y/o B2 está formada a partir de un compuesto de la fórmula (I), o en donde la capa A2 y/o B2 está formada a partir de un producto de reacción de un compuesto de la fórmula (I), en donde el número de átomos M de metal en una molécula es de 2-20.

6. Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde R_2 incluye uno o más de los siguientes grupos funcionales: amina, diamina, amida, imida, epoxi, mercapto, disulfuro, cloroalquilo, hidroxilo, óxido de etileno, ureido, uretano, isocianato, acrilato, acrilato de glicerilo, carboxilo, carbonilo y aldehído.

7. Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el compuesto de la fórmula (I) o un producto de reacción del mismo es un oligómero del compuesto de la fórmula (I), y en donde el oligómero se selecciona entre amino-silsesquioxanos terminados en alcoxi, amino-siloxanos, 3-aminopropil-alcoxi-silano oligomérico, 3-aminopropil/propil-alcoxi-silano, N-aminoetil-3-aminopropil-alcoxi-silano o N-aminoetil-3-aminopropil/metil-alcoxi-silano, o mezclas de los mismos.

8. Composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde las partículas C incluyen bismuto u óxido de bismuto (III).

9. Un procedimiento para producir un componente compactado y tratado térmicamente, que comprende los pasos de

a) proporcionar una composición como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8,

b) compactar la composición, opcionalmente mezclada con un lubricante, en un movimiento de prensa uniaxial en un troquel, preferiblemente a una presión de compactación entre 400 y 1200 MPa,

c) expulsar del troquel el componente compactado, y

d) opcionalmente tratar térmicamente el componente expulsado, en una atmósfera no reductora a una temperatura de hasta 800°C.

10. Componente que comprende una composición compactada como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.

11. Componente de acuerdo con la reivindicación 10, que es un núcleo inductor.

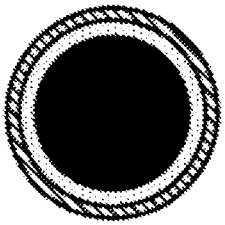
12. Núcleo de inductor de acuerdo con la reivindicación 11, que tiene una resistividad ρ de 3,000 μΩm o superior, preferiblemente 6,000 μΩm o superior o 10,000 μΩm o superior; una densidad Bs de flujo magnético de saturación de 1.1 T o superior, preferiblemente 1.2 T o superior o 1.3 T o superior; una pérdida de núcleo de 21 W/kg o inferior a una frecuencia de 10 kHz y una inducción de 0.1 T; una coercitividad a 10 000 A/m de 240 A/m o menos, preferiblemente 230 A/m o menos o 220 A/m o menos; y una polarización DC no inferior al 50% a 4 000 A/m.

13. Uso de partículas de aleación de Fe-Si recubiertas como se especifica para las partículas B, que tienen la capa B1 en una cualquiera de las reivindicaciones 1, 3 a 8 para mejorar las propiedades magnéticas de un material compuesto magnético blando, preferiblemente pérdida de núcleo y/o polarización DC.

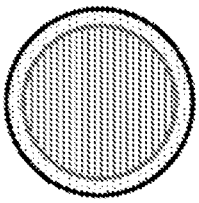
14. Uso de acuerdo con la reivindicación 13, en donde las partículas de Fe-Si están recubiertas con una capa B1 y una capa B2 como se define en la reivindicación 2.

Figura 1: Ilustración de las realizaciones 1 y 2

Realización 1

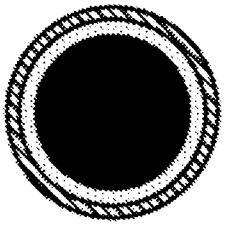


Núcleo de Hierro con recubrimientos A1 y A2

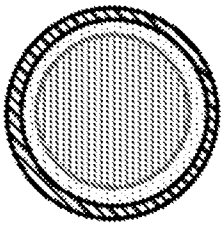


Núcleo de Fe-Si con recubrimiento B1

Realización 2



Núcleo de Hierro con recubrimientos A1 y A2



Núcleo Fe-Si con recubrimientos B1 y B2

= Núcleo de hierro de partículas A

= Capa A2/B2

= Recubrimiento de fosfato (A1/B1)

= Núcleo de aleación Fe-Si de partículas B

Figura 2. La polarización de DC de las Muestras 1 y 3 medida a 50 kHz

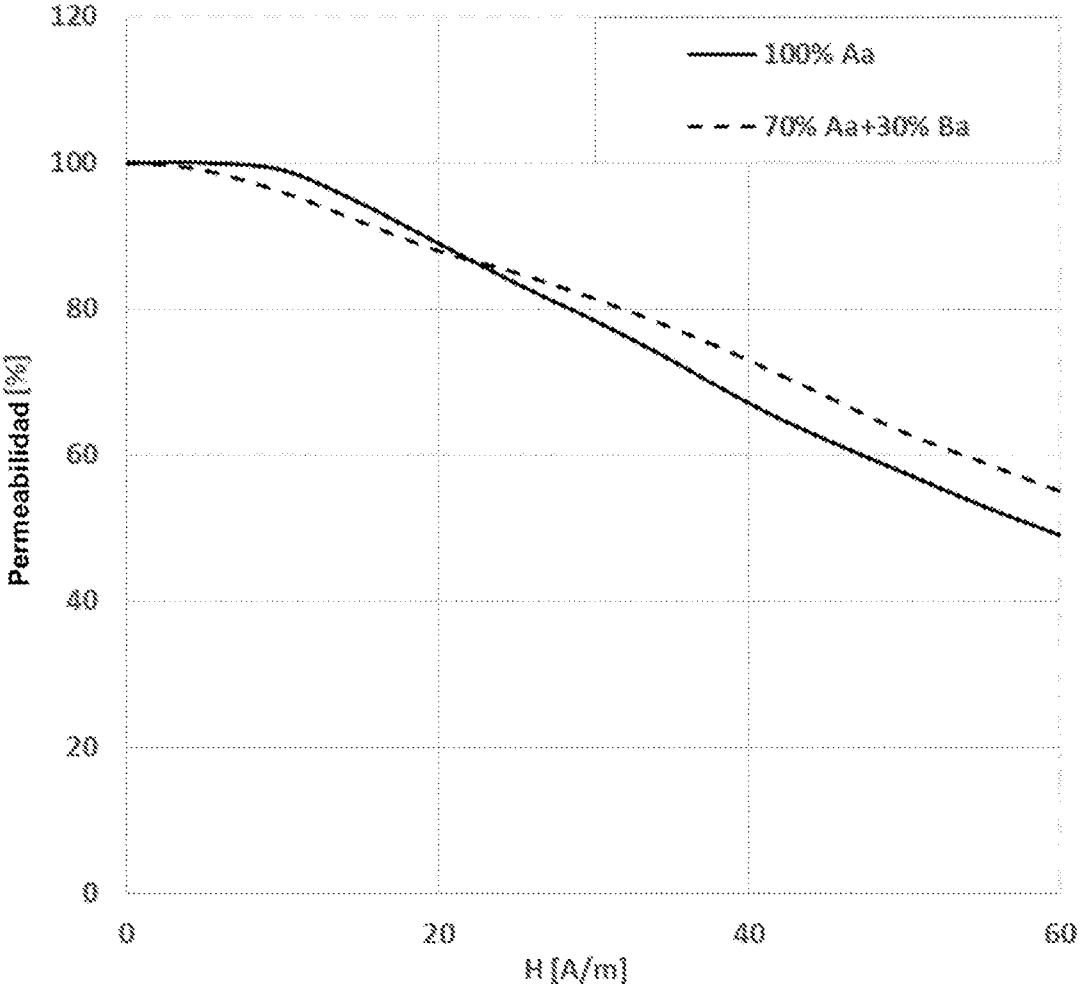


Figura 3: Resistencia en verde de las diferentes composiciones, 0.4 % en peso de lubricante particulado añadido.

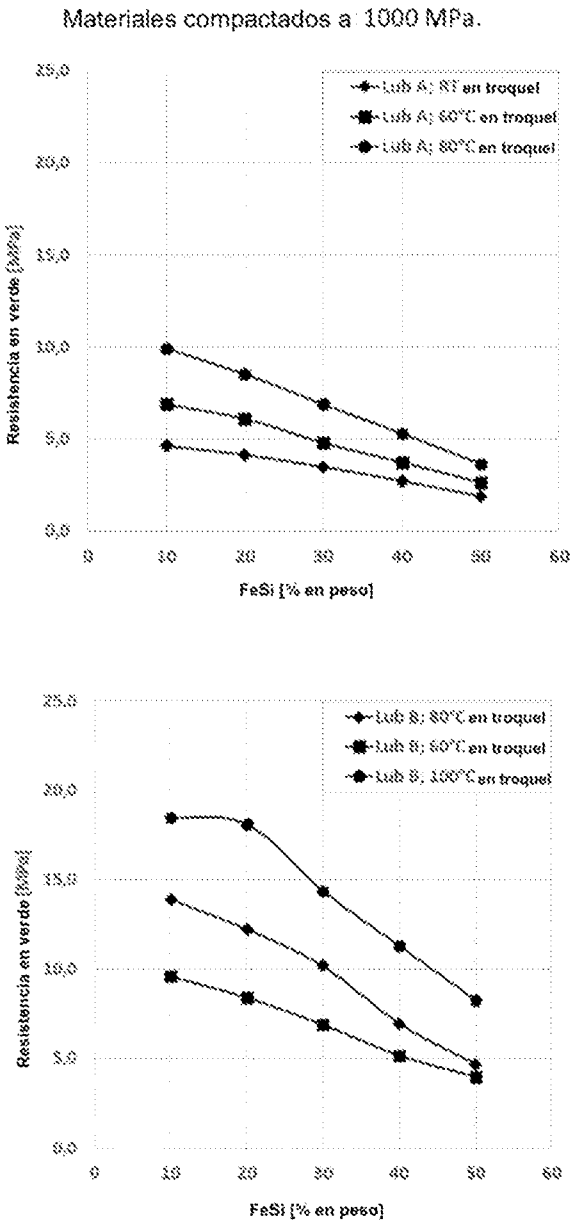
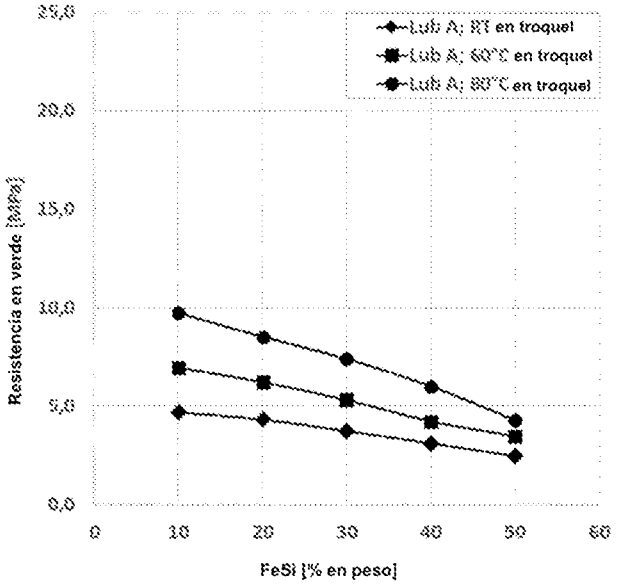


Figura 4: Resistencia en verde de las diferentes composiciones, 0.4 % en peso de lubricante particulado añadido

Materiales compactados a 1200 MPa.



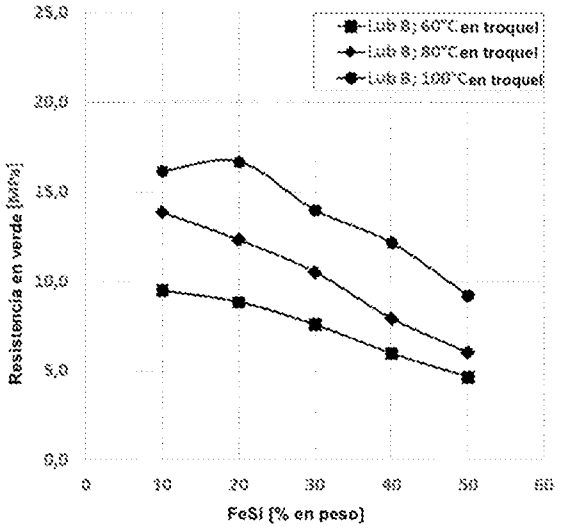


Figura 5: Pérdidas de núcleo obtenidas para componentes compactados con 80 °C en el troquel y 0.4 % en peso de lubricante particulado añadido. Arriba: pérdida de núcleo a frecuencia baja. Fondo: pérdida de núcleo a frecuencia alta

