



(51) Clasificación Internacional de Patentes:
B22F 9/04 (2006.01) C22C 33/02 (2006.01)

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2013/000270

(22) Fecha de presentación internacional:
5 de diciembre de 2013 (05.12.2013)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:
P201201228
5 de diciembre de 2012 (05.12.2012) ES

(71) Solicitantes: UNIVERSIDAD DE SEVILLA [ES/ES];
OTRI - Pabellón de Brasil, Paseo de las Delicias, s/n, E-
41013 Sevilla (ES). UNIVERSIDAD DE HUELVA
[ES/ES]; Campus el Carmen, Avda. de las Fuerzas
Armadas s/n, Edificio Marie Curie, 1º Planta, E-21007
Huelva (ES).

(72) Inventores: MONTES MARTOS, Juan Manuel; E.T.S de Ingeniería, Camino de los Descubrimientos s/n Pabellón, Pza. de América, E-41092 Sevilla (ES). CINTAS FÍSICO, Jesús; E.T.S de Ingeniería, Camino de los Descubrimientos s/n Pabellón, Pza. de América, E-41092 Sevilla (ES). URBAN, Petr; E.T.S de Ingeniería, Camino de los Descubrimientos s/n Pabellón, Pza. de América, E-41092 Sevilla (ES). GÓMEZ CUEVAS, Francisco; OTRI - Universidad de Huelva, Campus el Carmen, Avda. de las Fuerzas Armadas s/n, Edificio Marie Curie, E-21007 Huelva (ES). TERNERO FERNÁNDEZ, Fatima; Ciencia de Materiales de Sevilla, E-41092 Sevilla (ES).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO,

[Continúa en la página siguiente]

(54) Title: METHOD FOR THE POWDER-METALLURGICAL PRODUCTION OF MAGNETIC CORES

(54) Título : MÉTODO PARA LA FABRICACIÓN PULVIMETALÚRGICA DE NÚCLEOS MAGNÉTICOS

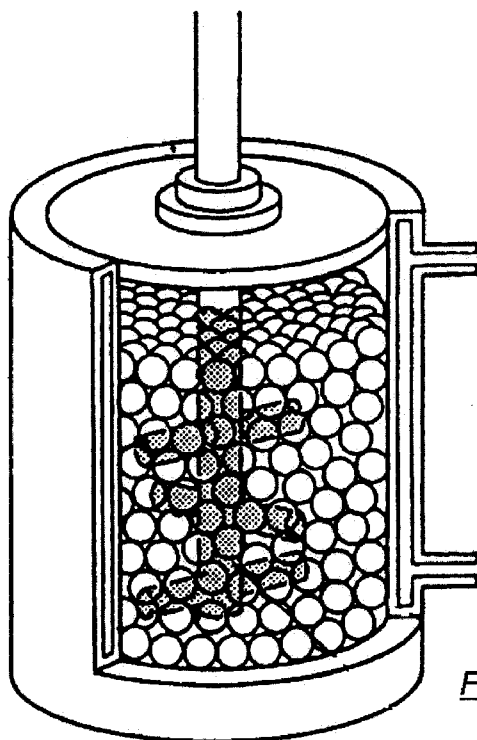


Fig. 1

(57) Abstract: The invention relates to a method for the powder-metallurgical production of magnetic cores, characterised in that it comprises (i) a first step of amorphisation of a mixture of magnetically soft powders by mechanical grinding; and (ii) a second step of FAST (Field Assisted Sintering Techniques) electrical consolidation of the powder amorphised in the first step.

(57) Resumen: Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos que se caracteriza porque comprende (i) una primera etapa de amorfización de una mezcla de polvos magnéticamente blandos mediante molienda mecánica; y (ii) una segunda etapa de consolidación eléctrica FAST (Field Assisted Sintering Techniques) del polvo amorfizado en la primera etapa.





RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV,
SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,
VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Estados designados *(a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección regional admisible):*

ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW,
SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ,
BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG,

CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU,
IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

Publicada:

— *con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))*

MÉTODO PARA LA FABRICACIÓN PULVIMETALÚRGICA DE NÚCLEOS MAGNÉTICOS

DESCRIPCIÓN

El objeto de la presente invención es un método alternativo de fabricación de núcleos de material: (1) completamente amorfo, (2) de matriz amorfa con regiones nanocristalinas, o (3) completamente nanocristalino, que permite obtener bloques de material (no formados por unión de cintas) con la forma definitiva, o cuasi-definitiva, sustituyendo la técnica de *melt-spinning* por una ruta pulvimetalúrgica consistente en la amorfización del polvo mediante molienda mecánica de alta energía y posterior consolidación rápida por vía eléctrica (técnicas FAST, *Field Assisted Sintering Techniques*).

Esta invención se encuadra dentro del área científico-técnica de la “tecnología de materiales” y más concretamente al sector de la fabricación, a partir de polvos, de todo tipo de piezas destinadas a funciones de núcleo magnético.

Antecedentes de la invención

Las pérdidas energéticas de carácter magnético en los núcleos de transformadores y motores eléctricos suelen rondar el 1.4%, y son cedidas a la atmósfera en forma de calor. La cifra es realmente importante y origina unos sobrecostes que podrían reducirse notablemente utilizando materiales con mejores prestaciones técnicas [1] [2].

En el contexto de las aplicaciones magnéticas, los materiales para núcleos de transformadores y motores eléctricos son los más utilizados por volumen de materia prima, y los de mayor importancia, por porcentaje de mercado global. Y dentro de ellos, el acero al silicio en forma de láminas se emplea en el 90% de los núcleos de transformadores, lo que supone un 60% del volumen total de mercado de los materiales magnéticos blandos (dulces) [1,3].

Hoy por hoy, el principal material de base en la producción de núcleos de transformadores y motores eléctricos es el hierro, por su carácter magnético intrínsecamente dulce. La introducción de otros elementos puede mejorar su

comportamiento. Por ejemplo, el hierro con el 6.5% de silicio da lugar a un comportamiento muy razonable: se mantiene una *elevada inducción magnética*, pero reduciendo notablemente la *anisotropía magnética*, por compensación de la constante de magnetostricción y la anisotropía magnetocristalina (un material es tanto más blando cuanto menor es su anisotropía magnética). Mejoras adicionales de este material básico pueden conseguirse mediante una serie de procesados o tratamientos termomecánicos, destinados a inducir determinadas texturas que reducen las pérdidas histeréticas. Asimismo, se realizan procesos de laminación, con objeto de reducir las pérdidas a altas frecuencias [3,4].

Entre las últimas generaciones de materiales dulces se incluyen las aleaciones estructuralmente amorfas y nanocristalinas, que son realmente los materiales más blandos existentes. En el caso de los materiales estructuralmente amorfos, la anisotropía magnetocristalina es prácticamente nula. La razón de ello es que el desorden atómico que caracteriza su estructura (similar a la de un líquido) lleva aparejado la inexistencia de límites de grano (los principales obstáculos que entorpecen el movimiento de las paredes de los dominios magnéticos). Debido a la ausencia de límites de grano, los materiales ferromagnéticos amorfos presentan ciclos de histéresis muy estrechos y productos energía muy bajos, lo que los convierte en materiales magnéticamente muy blandos [1, 2, 5].

En el caso de las aleaciones nanocristalinas, estos materiales están constituidos por pequeños granos, de tamaño nanométrico, embebidos en una matriz con estructura amorfa. Sucede aquí un efecto de compensación de la constante de magnetostricción entre las dos fases cristalina y amorfa (de signos opuestos entre sí) y, por otra parte, la anisotropía magnetocristalina se promedia macroscópicamente [1, 2, 5, 6].

En ambos casos, el desorden atómico interno hace aumentar la resistividad eléctrica del material (aproximadamente un orden de magnitud más elevada que la aleación policristalina convencional de idéntica composición). La elevada resistividad eléctrica de aleaciones amorfas y nanocristalinas lleva asociada, además, la reducción de las pérdidas debidas a las corrientes de Foucault.

Por todo ello, el empleo de metales amorfos o nanocristalinos en los núcleos de motores o transformadores eléctricos redunda en un funcionamiento más eficiente. Con todo, aunando los ahorros derivados del mejor comportamiento magnético y de la reducción considerable de las corrientes de Foucault, se ha estimado que reemplazando los núcleos de los transformadores de distribución de energía actuales con materiales amorfos, las pérdidas de energía se reducirían en un 75% [1, 2]. La dificultad radica en cómo fabricar estos materiales, pues las técnicas convencionales de fusión y moldeo proporcionan indefectiblemente materiales metálicos policristalinos, nunca amorfos, y con tamaños de grano típicamente micrométricos, no nanométricos.

La técnica habitual de fabricación de metal amorfo en cantidades relativamente importantes se denomina *melt-spinning* [2, 5] y consiste esencialmente en hacer solidificar un metal, desde el estado líquido, sobre la superficie térmicamente muy conductora y normalmente mantenida a baja temperatura de una rueda rotante. El severo ritmo de enfriamiento —de hasta un millón de grados centígrados por segundo— impuesto a los átomos del líquido, impide que estos encuentren las posiciones propias del estado cristalino. El resultado es que el material solidifica, pero no con sus átomos colocados en disposición perfectamente ordenada (estado cristalino), sino en completo desorden (estado amorfo). Para impedir que el material desvitrifique a temperatura ambiente, a menudo, es necesario introducir en la composición de la aleación gran cantidad de elementos no metálicos que hagan disminuir la tendencia a cristalizar. Desgraciadamente, dichos elementos perjudican, en general, las propiedades magnéticas del material.

Desde un punto de vista tecnológico, el proceso descrito tiene el inconveniente de que solo permite producir cintas de finísimo espesor (el espesor máximo debe ser típicamente inferior a 0.1 mm, y la anchura máxima alcanzada hasta el momento es de unos 25 cm). Para formar una pieza se hace necesario apilar y unir muchas de estas cintas. Así pues, el reto de obtener un bloque de material amorfo todavía persiste. Con este objetivo se han diseñado diversas técnicas pulvimetalúrgicas cuyo punto de partida debe ser la producción de polvo amorfo.

La producción en grandes cantidades de polvos metálicos amorfos ha quedado demostrada empleando variaciones del método de enfriamiento rápido en las que el líquido es pulverizado en forma de pequeñísimas gotas que se enfrían bruscamente (por conducción térmica) en el seno de un fluido. La 'pulverización por spray' (*spray atomization*), la 'pulverización por gas a alta velocidad' (*high-velocity gas jet atomization*) y algunos otros métodos han sido empleados con éxito para este fin [5]. Solo cuando el tamaño de las gotas está por debajo de los 50 μm , es posible alcanzar los severos ritmos de enfriamiento necesarios. Desde luego, un método simple para la producción de polvo amorfo es triturar las cintas amorfas obtenidas por *melt-spinning*. Varias compañías han empleado este método para producir cantidades comerciales de material amorfo en polvo.

Otro método recientemente explorado es el de la molienda mecánica (o aleado mecánico) que se ha revelado como una forma relativamente barata de producir grandes cantidades de polvos amorfizados.

Pero los polvos solo son el punto de partida; para obtener la pieza final se ha de contar con algún método de consolidación que retenga el carácter amorfo de los polvos. Varios métodos de consolidación de polvos metálicos amorfos han sido ya ensayados con éxito: la 'consolidación por onda de choque' (*shock consolidation*), el 'conformado explosivo' (*explosive forming*), el 'sinterizado sub T_g ' (T_g es la temperatura de transición vítrea), la 'extrusión en caliente cerca de T_g ', y la 'laminación por rodillos cerca de T_g ', entre algunos otros [7-8].

Encontrar un método eficiente, y atractivo desde el punto de vista industrial, para la consolidación de polvos amorfizados sin merma significativa de sus propiedades magnéticas constituye hoy un reto de enorme interés tecnológico y medioambiental. La técnica de fabricación que aquí se propone persigue cumplir ese objetivo.

Referencias:

- [1] Documentos sobre oportunidades tecnológicas: Materiales Magnéticos (vol 19), Fundación COTEC, marzo 2003.

- [2] N. DeCristofaro, *Amorphous metals in electric power distribution applications*, Materials Research Society, MRS Bulletin, Vol 23 (5), 1998, 50-56.
- [3] D.W. Dietrich, "Magnetically soft materials", in "Properties and Selection: nonferrous alloys and special-purpose materials", Vol 2, ASM handbook, ASM International, 1990, p. 761-781.
- [4] K.H. Moyer, *Magnetic Materials and Properties for Powder Metallurgy Part Applications*, "Powder Metal Technologies and Applications", Vol 7, ASM Handbook, ASM International, 1998.
- [5] W.L. Johnson, "Metallic Glasses", in "Properties and Selection: nonferrous alloys and special-purpose materials", Vol 2, ASM handbook, ASM International, 1990, p. 804-821.
- [6] N.A. Spaldin, "Magnetic Materials: Fundamentals and Applications", 2nd edition, Cambridge University Press, 2011, USA.
- [7] C. Cline and R. Hopper, "Explosive Fabrication of Rapidly Quenched Materials", *Scripta Metallurgica.*, Vol. 11(12), 1977, p. 1137-1138.
- [8] P. Shingu, "Metastability of Amorphous Phases and its Application to the Consolidation of Rapidly Quenched Powders", *Materials Science and Engineering*, Vol. 97, 1988, p 137-141.

Descripción de la invención

La fabricación de núcleos amorfs (tanto para motores eléctricos, como transformadores o piezas polares) es una tarea compleja que hasta ahora ha requerido la fabricación del material amorfo en forma de cintas de fino espesor (mediante enfriamiento muy severo, *melt spinning*) y su posterior apilado y/o plegado para la formación de la pieza final. El proceso puede resultar costoso, y las propiedades de la pieza, a menudo, se resienten por el hecho de poseer demasiadas fronteras. Aunque se han ensayado diversos métodos para obtener materiales amorfs en bloque, ninguno, por el momento, está exento de dificultades y está explotándose industrialmente.

El objeto de esta patente es mostrar una ruta alternativa de fabricación de núcleos de material: (1) completamente amorfo, (2) de matriz amorfa con regiones nanocristalinas, o (3) completamente nanocristalino, que permite obtener bloques de

material (no formados por unión de cintas) con la forma definitiva, o cuasi-definitiva, sustituyendo la técnica de *melt-spinning* por una ruta pulvimetalúrgica consistente en la amorfización del polvo mediante molienda mecánica de alta energía y posterior consolidación rápida por vía eléctrica (técnicas FAST, *Field Assisted Sintering Techniques*). Esta combinación permite, además de obtener piezas masivas de material amorfo (o parcialmente nanocristalino) con la forma definitiva o cuasi-definitiva, reducir la cantidad de metaloides presente en la aleación, necesaria para retener el carácter amorfo a temperatura ambiente. En principio, se prevé idónea para fabricar piezas de pequeño tamaño, pero nada impide diseñar piezas mayores mediante el ensamblaje de bloques acoplables más pequeños.

Más concretamente, el método de fabricación que se propone en la presente invención consiste en una novedosa ruta pulvimetalúrgica que consta de dos etapas: (i) una primera de amorfización del polvo mediante molienda de alta energía y larga duración y (ii) una segunda de conformado de la pieza mediante alguna modalidad de consolidación eléctrica del polvo amorfizado, como la denominada sinterización por resistencia eléctrica SRE, o la denominada consolidación por descarga eléctrica CDE, pero no necesariamente una de estas.

El requisito de la consolidación eléctrica se debe a que la ruta pulvimetalúrgica convencional de prensado en frío más sinterizado en horno no sirve en este caso porque durante la etapa de sinterizado, las altas temperaturas necesarias y el tiempo durante el que se mantienen hacen que el material desvitrifique, perdiéndose el carácter amorfo conseguido mediante la molienda.

Los núcleos magnéticos obtenidos por este procedimiento pueden tener carácter completamente amorfo, completamente nanocristalino, o una combinación de los anteriores (regiones nanocristalinas embebidas en matriz amorfa).

En general, el problema técnico que resuelve la presente invención es el producir núcleos amorfos en bloque (no constituidos por unión de cintas) abaratando su coste de producción y, eventualmente, mejorando algunas propiedades. La solución a este problema técnico, como se ha indicado, es establecer una ruta pulvimetalúrgica consistente en el empleo de molienda mecánica como forma de

amorfización del polvo y consolidación eléctrica del polvo amorfizado, que por su extraordinaria rapidez y naturaleza, inhibe la desvitrificación del material. Por su sencillez, el método propuesto representa una simplificación del proceso de producción e implica reducción de costes.

Una posible variante del método propuesto, en lugar de polvos no amorfos, emplearía como material de partida, cintas previamente amorfizadas por cualquier método convencional de amorfización (por ejemplo, *melt spinning*). En este caso, las cintas deberían ser trituradas por molienda mecánica de corta duración, previamente a su consolidación eléctrica.

Los posibles usos de la invención son muy variados, incluyéndose la fabricación de todo tipo de núcleos de material amorfo destinados a aplicaciones de transformadores y motores eléctricos, así como otras piezas polares dulces. La posible restricción a pequeñas piezas puede superarse mediante el ensamblaje de piezas más pequeñas, acoplables, fabricadas por la vía aquí propuesta.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones, la palabra “comprende” y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención. Además, la presente invención cubre todas las posibles combinaciones de realizaciones particulares y preferidas aquí indicadas.

Breve descripción de las figuras

A continuación se pasa a describir de manera muy breve una serie de dibujos que ayudan a comprender mejor la invención y que se relacionan expresamente con una realización de dicha invención que se presenta como un ejemplo no limitativo de ésta.

- FIG1. Muestra un esquema de un molino de bolas de alta energía tipo "attritor", en donde se puede realizar la etapa de amorfización por molienda mecánica que forma parte del método objeto de la presente invención.
- FIG2. Muestra un esquema del sistema donde se consolida eléctricamente el polvo amorfizado procedente del molino de la figura 1 y que constituye la segunda etapa del método preconizado por la presente invención.

Realización preferente de la invención

Como se ha indicado, el método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos, objeto de la presente invención se caracteriza porque comprende (i) una primera etapa de amorfización de una mezcla de polvos magnéticamente blandos mediante molienda mecánica; y (ii) una segunda etapa de consolidación eléctrica del polvo amorfizado en la primera etapa.

El aleado mecánico es un proceso que involucra la repetida deformación, fractura y soldadura continua de las partículas de polvos (metálicos y no metálicos) por la acción constante de la molienda de alta energía a que son sometidas. Así, en la figura 1 se muestra un tipo de molino de bolas donde se realiza la molienda mecánica de alta energía, aunque el molino de alta energía no tiene que ser necesariamente este. Este proceso tiene la ventaja de obtener verdaderas aleaciones en estado sólido, puesto que tiene lugar una combinación íntima a nivel atómico.

Pero la importancia de la molienda mecánica no reside exclusivamente en la posibilidad de alear mecánicamente, sino también en la de reducir el tamaño de grano del polvo, con la consiguiente mejora de sus propiedades mecánicas y su sinterizabilidad, pudiendo llegar a ser ultrafino e incluso nanométrico. Si la duración de la molienda es suficientemente larga, y la composición y las condiciones de la molienda adecuadamente elegidas, el polvo puede llegar a amorfizar. Esta posibilidad de amorfización del polvo es la que se aprovecha en la presente invención. La principal ventaja de este método frente a las técnicas de enfriamiento severo es su menor coste y una mayor flexibilidad para la producción industrial. No obstante, no debe ignorarse que, debido a la forma particular en la que la estructura

amorfa es alcanzada (por deformación/dislocación severísima de la estructura) la tendencia a desvitrificar es menor y la proporción de metaloides presentes puede disminuirse o incluso anularse, con la consiguiente mejora en las propiedades magnéticas de las piezas finales que de ello se deriva.

Conviene recalcar que, aun cuando la posibilidad de amorfizar mediante aleado mecánico es conocida en el actual estado de la técnica, aún subsiste el problema técnico de consolidar el polvo amorfizado para obtener un bloque consolidado sin que se pierda el carácter amorfo. Este problema se soluciona mediante la segunda etapa del método preconizado.

Las técnicas de consolidación eléctricas (técnicas FAST) no solo permiten aunar las etapas de prensado en frío y de sinterizado en horno en una sola etapa, sino que también logran reducir su duración, de tal modo que se hace innecesario el empleo de atmósferas inertes (el tiempo en que el polvo está expuesto a las altas temperaturas es demasiado breve para que transcurran las reacciones de oxidación no deseables), y el proceso puede llevarse a cabo al aire. La reducción del tiempo puede llegar a ser muy considerable: si el proceso conjunto de prensado en frío (en matriz o isostático) y sinterizado en horno puede ocupar en torno a 30-60 minutos, la consolidación eléctrica puede llevar tan solo unos pocos segundos, o incluso menos aún, dependiendo de la modalidad concreta empleada.

A modo de ejemplo, cabe decir que las dos modalidades antes mencionadas, la SRE y la CDE, tienen duraciones características en torno al segundo ($\sim 0.1 - 50$ s) y al milisegundo ($\sim 0.1 - 100$ ms), respectivamente, y fuentes de potencia eléctrica también diferentes: en la SRE, un transformador que proporciona baja tensión ($\sim 10 - 30$ V) y alta intensidad ($\sim 5 - 20$ kA), y en la CDE, un banco de condensadores, capaz de suministrar durante su descarga tensiones medias ($\sim 50 - 300$ V) e intensidades altas ($\sim 1 - 5$ kA).

Dado que las técnicas de consolidación eléctricas son en realidad cierto tipo de prensado en caliente, se requieren presiones de trabajo mucho menores (< 100 MPa) que las empleadas en el prensado en frío de la ruta convencional (alrededor de 700-1500 MPa).

El enfriamiento se llevará a cabo merced a la refrigeración (por ejemplo, merced a un líquido refrigerante) de la que deben constar las bancadas de la máquina en contacto con los electrodos/punzones.

Un esquema del equipo de consolidación eléctrica, especialmente en lo concerniente a los detalles de la matriz 1 podría ser el indicado en la figura 2 (pero no exclusivamente así):

La matriz 1 es eléctricamente aislante (por ejemplo, fabricada con roca natural, hormigón refractario, tubo cerámico y zuncho de metal, etc.).

Los electrodos 2 serán de alguna aleación de cobre con elevada conductividad (por ejemplo, aleación de Cu-Zr). Para conseguir mayor uniformidad en la temperatura interior, puede ser interesante interponer entre el polvo 3 y el electrodo 2 una oblea 4 de material algo menos conductor, por ejemplo, una pseudoaleación (heavy metal) de Cu-W, que además aportará resistencia a la electroerosión.

La fuente de potencia 5 puede consistir en un transformador de soldadura (en el caso de la SRE) que proporcione intensidades corriente en el rango de 2 a 12 kA, ya sea con frecuencia de red (50 Hz) o mejor aún, con frecuencias mayores, en el rango de las frecuencias medias (~ 1000 Hz). Una segunda posibilidad (en el caso de la CDE) podría consistir en el empleo como fuente de potencia de un banco de condensadores, de gran capacidad y tensiones de carga en el rango de los 50 a 500 V. Otra posibilidad es operar con ambos tipos de fuentes, por ejemplo, en una aplicación secuencial de las mismas: primero descarga por condensadores, y luego intervención del transformador de soldadura. Esta última posibilidad puede tener la ventaja de permitir el abordaje de piezas de tamaño mayor, cuya resistencia eléctrica es demasiado elevada para ser producidas únicamente por la técnica de SRE

El dispositivo mecánico que ejerza la presión debe ser capaz de suministrar la fuerza necesaria para alcanzar presiones en torno a 100 MPa. En el caso de la figura 2, se muestra una bancada refrigerada con una parte superior móvil 6 y una

parte inferior fija 7.

Ejemplo de aplicación

Se parte, por ejemplo de una mezcla de polvos de Fe y Ni en la proporción atómica, del 65% y 35%, respectivamente.

Posteriormente, la mezcla de polvos es sometida a molienda mecánica en molino de bolas de alta energía tipo attritor, como el mostrado en la figura 1, girando a 500 rpm y refrigerado por agua (20°C). Para controlar el proceso de molienda se puede añadir cera micropolvo etilén-bis-estearamida en una proporción entre 1.5% y el 2% en peso. La razón de carga (=masa bolas/masa polvo) se establece en el valor 20:1. La atmósfera de la vasija de molienda será de gas argón. La duración de la molienda se fija entre 30 y 40 horas.

En este ejemplo no limitativo de realización, el proceso de consolidación eléctrica por SRE se lleva a cabo al aire, con unos parámetros nominales de 80 MPa de presión, una densidad de corriente de $\sim 6.5 \text{ kA/cm}^2$, y un tiempo de paso de 70 ciclos, de 0.02 s cada ciclo. (La SRE puede emplear corriente eléctrica de media frecuencia, en torno a 1000 Hz.). La densidad final del compacto debe ser del 90% o superior.

El compacto es enfriado *in situ*, por efecto de los electrodos que se hallan refrigerados por agua. Finalmente, el compacto es extraído de la matriz. Si los parámetros escogidos han sido adecuados para la masa y geometría del compacto, este habrá retenido el carácter amorfo del polvo base, o al menos, estará constituido por una matriz amorfo en cuyo seno pudieran haber surgido islas de material nanocristalino.

REIVINDICACIONES

- 1.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos que se **caracteriza porque** comprende (i) una primera etapa de amorfización de una mezcla de polvos magnéticamente blandos mediante molienda mecánica; y (ii) una segunda etapa de consolidación eléctrica FAST (Field Assisted Sintering Techniques) del polvo amorfizado en la primera etapa.
- 2.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según la reivindicación 1, caracterizado porque se someten a molienda mecánica cintas previamente amorfizadas por cualquier método convencional de amorfización.
- 3.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la consolidación eléctrica FAST se realiza mediante sinterización por resistencia eléctrica (SRE).
- 4.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según la reivindicación 3, caracterizado porque la SRE se lleva a cabo a una tensión de ~10 - 30 V e intensidad entre 5 y 20 kA con una duración de ~0.1 - 50 s.
- 5.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la consolidación eléctrica FAST se realiza mediante consolidación por descarga eléctrica (CDE).
- 6.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según la reivindicación 5, caracterizado porque la CDE se lleva a cabo a una tensión comprendida entre 50 y 300 V e intensidad comprendida entre 1 y 5 kA con una duración de ~ 0.1 – 100 ms.
- 7.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la consolidación eléctrica FAST se lleva a cabo mediante una combinación de SRE y CDE.

8.- Método para la fabricación pulvimetalúrgica de núcleos magnéticos según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la consolidación eléctrica se lleva a cabo mediante una sucesión de técnicas FAST.

9.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 8 que se caracteriza porque se fabrican piezas de núcleos magnéticos mediante ensamblaje de piezas acoplables de menor tamaño.

10.- Núcleo magnético, obtenido según el método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que se caracteriza por ser completamente amorfo, completamente nanocrystalino, o una combinación de los dos anteriores, esto es, regiones nanocrystalinas embebidas en matriz amorfa.

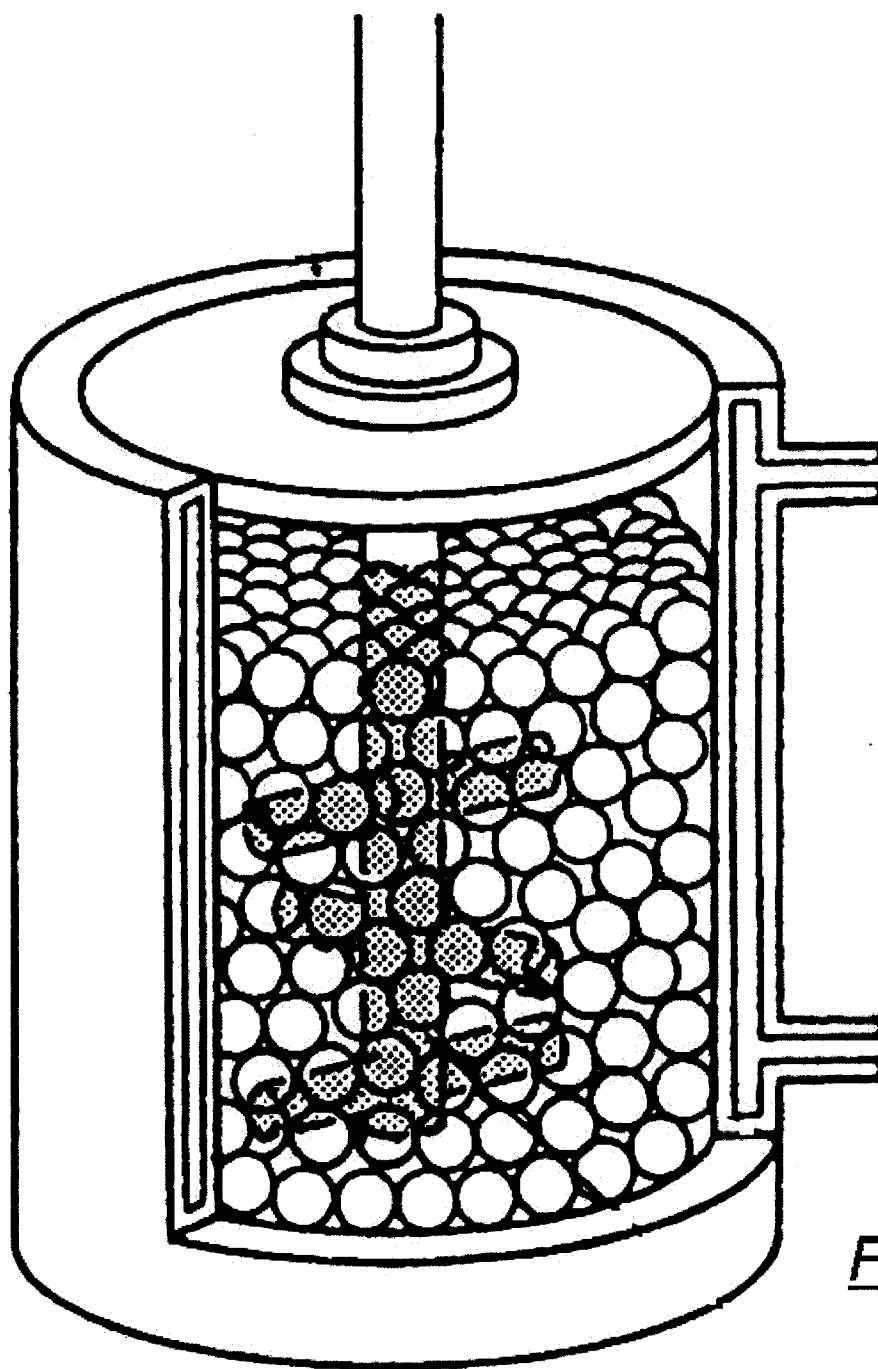
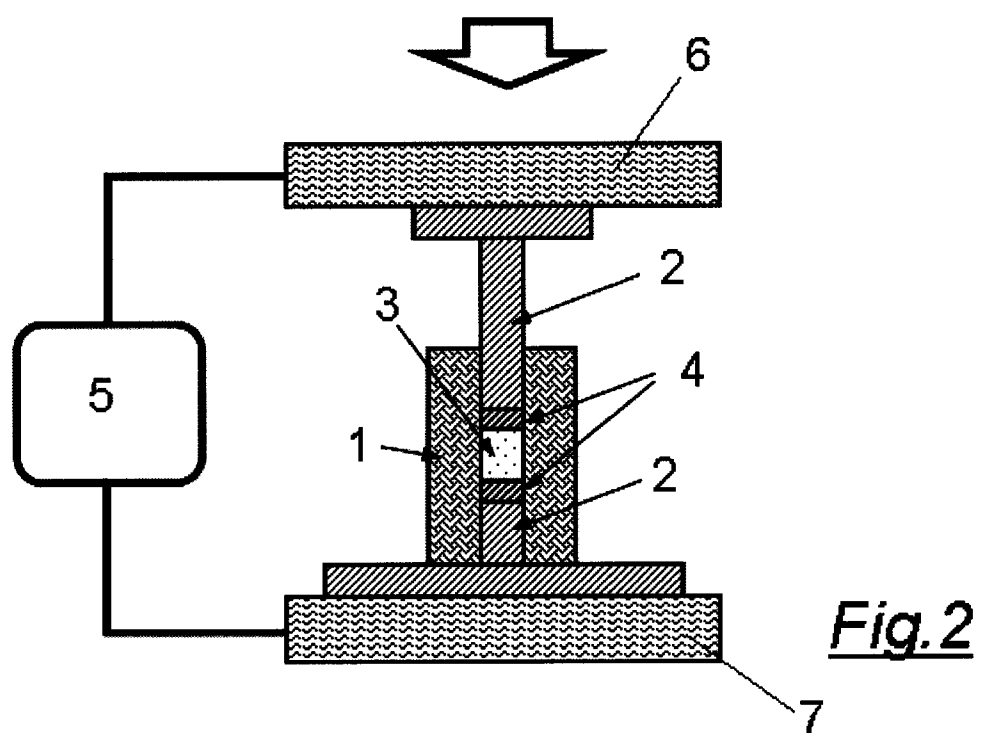


Fig. 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES2013/000270

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B22F9/04 (2006.01)

C22C33/02 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B22F, C22C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPODOC, INVENES

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 2006172073 A1 (GROZA JOANNA R ET AL.) 03/08/2006, paragraph [0011]; paragraphs[0014 - 0046]; example 2,	1-9
X	CALKA A. and WEXLER D. Mechanical milling assisted by electrical discharge. Nature, 12/10/2002.Vol 419, pages 147-151.	10
Y		1-9
X	CN 101724907 A (UNIV BEIJING TECHNOLOGY) 09/06/2010, Abstract from DataBase WPI. Retrieved of EPOQUE	10
A	MONTES J.M et al. Consolidación de polvo de hierro mediante sinterización opr resistencia. Revista of Metalurgia, 2003, Vol 39, pages 99-106.Introduction, point 2. figure 1.	1-10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.	
"E" earlier document but published on or after the international filing date	
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means.	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents , such combination being obvious to a person skilled in the art
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
03/03/2014

Date of mailing of the international search report
(05/03/2014)

Name and mailing address of the ISA/

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Facsimile No.: 91 349 53 04

Authorized officer
C. Galdeano Villegas

Telephone No. 91 3493099

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES2013/000270

C (continuation).			DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of documents, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.			
A	WO 2006010780 A1 (UNIV SEVILLA ET AL.) 02/02/2006, pages 1-7	1-10			
A	US 3591362 A (BENJAMIN JOHN S) 06/07/1971, Figure 2	1-9			

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

Information on patent family members

PCT/ES2013/000270

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US3591362 A	06.07.1971	US3785801 A US3776704 A US3738817 A US3723092 A US3728088 A JPS5037631B B1 SE414881 B SE414881 C NL6903178 A NL151648B B FR2003056 A1 CH511081 A BE729149 A DE1909781 A1 DE1909781 B2 AT305658B B GB1265343 A	15.01.1974 04.12.1973 12.06.1973 27.03.1973 17.04.1973 03.12.1975 25.08.1980 11.12.1980 03.09.1969 15.12.1976 07.11.1969 15.08.1971 28.08.1969 19.02.1970 07.12.1978 12.03.1973 01.03.1972
----- US2006172073 A1	----- 03.08.2006	----- WO2006083603 A2 WO2006083603 A3 US7393559 B2	----- 10.08.2006 27.09.2007 01.07.2008
----- CN101724907 A	----- 09.06.2010	----- CN101724907B B	----- 27.07.2011
----- WO2006010780 A1	----- 02.02.2006	----- ES2249985 A1 ES2249985 B1	----- 01.04.2006 16.06.2007
-----	-----	-----	-----

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/ES2013/000270

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

B22F9/04 (2006.01)

C22C33/02 (2006.01)

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B22F, C22C

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

EPODOC, INVENES

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
Y	US 2006172073 A1 (GROZA JOANNA R ET AL.) 03/08/2006, párrafo [0011]; párrafos[0014 -0046]; ejemplo 2.	1-9
X	CALKA A. and WEXLER D. Mechanical milling assisted by electrical discharge. 12/10/2002 Nature, 2002.Vol 419, páginas 147-151.	10
Y		1-9
X	CN 101724907 A (UNIV BEIJING TECHNOLOGY) 09/06/2010, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE	10
A	MONTES J.M et al. Consolidación de polvo de hierro mediante sinterización por resistencia. Revista de Metalurgia, 2003, Vol 39, páginas 99-106.Introducción, punto 2. Figura 1.	1-10

☒ En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos

☒ Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&" documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.	
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.	

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.
03/03/2014

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional.
05 de marzo de 2014 (05/03/2014)

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional
OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Nº de fax: 91 349 53 04

Funcionario autorizado
C. Galdeano Villegas
Nº de teléfono 91 3493099

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional n°

PCT/ES2013/000270

C (Continuación).		DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES
Categoría *	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
A	WO 2006010780 A1 (UNIV SEVILLA ET AL.) 02/02/2006, paginas 1-7	1-10
A	US 3591362 A (BENJAMIN JOHN S) 06/07/1971, Figura 2	1-9

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Informaciones relativas a los miembros de familias de patentes

Solicitud internacional nº

PCT/ES2013/000270

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de Publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de Publicación
US3591362 A	06.07.1971	US3785801 A US3776704 A US3738817 A US3723092 A US3728088 A JPS5037631B B1 SE414881 B SE414881 C NL6903178 A NL151648B B FR2003056 A1 CH511081 A BE729149 A DE1909781 A1 DE1909781 B2 AT305658B B GB1265343 A	15.01.1974 04.12.1973 12.06.1973 27.03.1973 17.04.1973 03.12.1975 25.08.1980 11.12.1980 03.09.1969 15.12.1976 07.11.1969 15.08.1971 28.08.1969 19.02.1970 07.12.1978 12.03.1973 01.03.1972
----- US2006172073 A1	----- 03.08.2006	----- WO2006083603 A2 WO2006083603 A3 US7393559 B2	----- 10.08.2006 27.09.2007 01.07.2008
----- CN101724907 A	----- 09.06.2010	----- CN101724907B B	----- 27.07.2011
----- WO2006010780 A1	----- 02.02.2006	----- ES2249985 A1 ES2249985 B1	----- 01.04.2006 16.06.2007
-----	-----	-----	-----