



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 348 212**

(51) Int. Cl.:

B22F 1/02 (2006.01)

H01F 1/14 (2006.01)

H01F 1/24 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **03781264 .1**

(96) Fecha de presentación : **22.12.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1575726**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **21.09.2005**

(54) Título: **Composición de polvo magnético blando que comprende partículas aisladas y un lubricante seleccionado entre órgano-silanos, -titanatos, -aluminatos y circonatos y un procedimiento para su preparación.**

(30) Prioridad: **23.12.2002 SE 2002103851**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.12.2010

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.12.2010

(73) Titular/es: **HÖGANÄS AB.
Awapatent AB. Box 1066
251 10 Helsingborg, SE**

(72) Inventor/es: **Kejzelman, Mikhail;
Vidarsson, Hilmar;
Knutsson, Per;
Skoglund, Paul;
Andersson, Ola y
Skarman, Björn**

(74) Agente: **Justo Bailey, Mario de**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de polvo magnético blando que comprende partículas aisladas y un lubricante seleccionado entre órgano-silanos, -titanatos, -aluminatos y circonatos y un procedimiento para su preparación.

Campo de la invención

La presente invención se refiere a nuevas composiciones de polvo metálico. Más específicamente, la invención se refiere a un nuevo polvo basado en hierro que es útil para la preparación de materiales magnéticos blandos que tienen propiedades mejoradas cuando se usan tanto a frecuencias elevadas como bajas. La invención también se refiere a un método para la fabricación de materiales compuestos magnéticos blandos preparados a partir de los mismos.

Antecedentes de la invención

Los materiales magnéticos blandos se usan para aplicaciones, como materiales de núcleos en inductores, estátores y rotores para máquinas eléctricas, accionadores, detectores y núcleos de transformadores. Tradicionalmente los núcleos magnéticos blandos, como rotores y estátores en máquinas eléctricas, están hechos de materiales estratificados apilados de acero. Los materiales compuestos magnéticos blandos, SMC, están basados en partículas magnéticas blandas, habitualmente basadas en hierro, con un revestimiento aislante de la electricidad en cada partícula. Al compactar las partículas aisladas opcionalmente de forma conjunta con lubricantes y/o aglutinantes usando el procedimiento tradicional de metalurgia de polvos, se obtienen las partes de los SMC. Usando esta técnica metalúrgica de polvo es posible producir materiales que tienen un grado de libertad de diseño del componente de SMC mayor que usando los materiales estratificados de acero, ya que el material de SMC puede portar un flujo magnético tridimensional y se pueden obtener formas tridimensionales mediante el procedimiento de compactación.

Dos características clave de un componente del núcleo de hierro son sus características de permeabilidad magnética y de pérdida del núcleo. La permeabilidad magnética de un material es una indicación de su capacidad para resultar magnetizado o su capacidad para portar un flujo magnético. La permeabilidad se define como la relación del flujo magnético inducido relativo a la fuerza magnetizante o intensidad de campo. Cuando un material magnético es expuesto a un campo variable, se producen pérdidas de energía debidas tanto a pérdidas por histéresis como pérdidas de corrientes inducidas. La pérdida de histéresis se lleva a cabo mediante el consumo de energía necesario para superar las fuerzas magnéticas retenidas en el componente del núcleo de hierro. La pérdida de corriente inducida se lleva a cabo mediante la producción de corrientes eléctricas en el componente del núcleo de hierro debido al flujo cambiante provocado por las condiciones de las corrientes alternas (AC). Es deseable una resistividad eléctrica elevada del componente con el fin de minimizar las corrientes inducidas.

La investigación en la fabricación metalúrgica de polvos de componentes de núcleos magnéticos usando polvos revestidos basados en hierro se ha dirigido al desarrollo de composiciones de polvos de hierro que mejoran ciertas propiedades físicas y magnéticas sin afectar perjudicialmente a otras propiedades del componente final. Las propiedades deseadas de los componentes incluyen, por ejemplo, una elevada permeabilidad a través de un intervalo de frecuencias prolongado, pérdidas bajas del núcleo, elevada inducción de saturación y resistencia elevada. Normalmente, una densidad aumentada del componente mejora la totalidad de estas propiedades con la condición de que pueda ser mantenida una resistividad eléctrica suficiente. Las propiedades deseadas de los polvos incluyen el carácter adecuado para técnicas de moldeo por compresión lo que significa, por ejemplo, que el polvo puede ser fácilmente moldeado para un componente de densidad elevada, que puede ser fácilmente expulsado de la instalación de moldeo sin daños sobre la superficie del componente.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a una nueva composición de polvo ferromagnético que es adecuada para una compactación hasta dar componentes compuestos de densidad elevada. Más específicamente, la presente invención se refiere a una nueva composición de polvos que comprende partículas nucleares basadas en hierro magnético blando o hierro, cuya superficie está rodeada por un revestimiento inorgánico aislante de la electricidad y esta composición incluye también una cantidad lubricante de silanos, titanatos, aluminatos o circonatos, como se define en la reivindicación 1.

La presente invención incluye también un método para preparar materiales compactados en bruto de densidad elevada y opcionalmente tratados con calor a partir de estas composiciones. Este método comprende las etapas de proporcionar la composición, mezclar opcionalmente dicha composición con aditivos, como lubricantes convencionales (es decir, lubricantes particulares) y aglutinantes así como agentes mejoradores del flujo, compactar de forma uniaxial en una matriz a presión elevada y expulsar la estructura en bruto, que puede ser posteriormente tratada con calor.

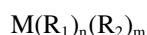
Descripción detallada de la invención

Los polvos ferromagnéticos usados en la presente invención están constituidos por hierro o una aleación que contiene hierro opcionalmente en combinación con hasta 20% en peso de uno o más elementos seleccionados entre el grupo que consiste en aluminio, silicio, cromo, niobio, molibdeno, níquel y cobalto. Preferentemente, el nuevo polvo está basado en un polvo de base que consiste esencialmente en hierro puro. Este polvo podría estar constituido,

por ejemplo, por polvos de hierro atomizados en agua o atomizados en gases disponibles en el comercio o polvos con contenido reducido de hierro, como polvos esponjosos. La forma de las partículas del polvo podría ser redonda, irregular o lisa.

5 Los revestimientos aislantes de la electricidad preferidos que pueden ser usados según la invención, son revestimientos finos que contienen fósforo del tipo descrito en la patente de EE.UU. 6348265. También pueden ser usados otros revestimientos, preferentemente inorgánicos, por ejemplo, revestimientos basados en Cr, Mg, Mo, Zn, Ni o Co.

10 El agente lubricante usado según la invención es de un tipo de órgano-silanos, órgano-titanatos, órgano-aluminatos u órgano-circonatos. Esta clase de sustancias se denomina a menudo agentes modificadores de la superficie, agentes acoplantes o agentes reticulantes dependiendo de la funcionalidad química de sus grupos conectados. El tipo específico de órgano-silanos, órgano-titanatos, órgano-aluminatos u órgano-circonatos que se usan según la presente invención y que pueden ser denominados compuestos órgano-metálicos se distinguen por la presencia de al menos un grupo
15 hidrolizable y al menos un resto orgánico lubricante. Este tipo de compuestos puede estar definido por la siguiente fórmula general:



20 en la que M es un átomo central seleccionado entre Si, Ti, Al y Zr; R₁ es un grupo hidrolizable; R₂ es un grupo que consiste en un resto orgánico lubricante, en la que la suma de m+n debe ser igual al número de coordinación del átomo central y en la que n es un número entero ≥ 1 y m es un número entero ≥ 1 .

25 Particularmente, R₁ es un grupo alcoxi que tiene menos de 12 átomos de C. Se prefieren los grupos alcoxi que tienen menos de 6 y, los más preferidos, son grupos alcoxi que tienen 1-3 átomos de C. R₁ puede ser también un grupo quelato, como un residuo de ácido hidroxiaético (-OC(O)-CH₂O-) o un residuo de etilenglicol (-OCH₂CH₂O-).

30 R₂ es un grupo orgánico que incluye entre 6-30, preferentemente 10-24 átomos de carbono que incluye opcionalmente uno o más heteroátomos seleccionados entre el grupo que consiste en N, O, S y P. R₂ es un grupo que consiste en un resto orgánico, que no es fácilmente hidrolizado y a menudo es lipófilo y puede ser una cadena de un alquilo, éter, éster, fosfo-alquilo, fosfono-alquilo, fosfolípido o fosfo-amina. El fósforo puede estar presente en forma de grupos fosfonato, pirofosfato o fosfito. Adicionalmente, R₂ puede ser lineal, ramificado, cíclico o aromático.

35 Un grupo preferido de silanos lubricantes según la presente invención son los alquil-alcoxi-silanos y poliéter-alcoxi-silanos. Adicionalmente, se han obtenido resultados alentadores con hexadecil-trimetoxi-silano, isopropil-triisostearyl-titanato, isopropil-tri(dioctil)fosfato-titanato, neopentil(dialil)oxi-tri(dioctil)fosfato-circonato, neopentil(dialil)oxi-trineodecanoil-circonato y diisobutil-acetoacetil-aluminato.

40 La cantidad de compuesto está presente en cantidades de 0,05-0,5%, preferentemente 0,07-0,45% y lo más preferentemente 0,08-0,4% en peso de la composición. Una cantidad demasiado baja de agente lubricante proporciona una densidad elevada pero da lugar a un comportamiento de expulsión escaso y, por tanto, puede dar lugar a un estado pobre de la superficie de la herramienta y/o partes de SMC. Sin embargo, una cantidad demasiado elevada puede proporcionar un excelente comportamiento de expulsión pero podría conducir a densidades bajas del componente. Además
45 de ello, es preferido que el compuesto esté presente en forma de una capa lubricante sobre las partículas aisladas. Sin embargo, debe apreciarse que la geometría del componente, así como el material y la calidad de la herramienta, tienen un gran impacto sobre el estado de la superficie de las partes de SMC después de la expulsión.

50 El uso de compuestos de órgano-silanos, órgano-titanatos u órgano-aluminatos es conocido a partir de las patentes de EE.UU. 4820338 y 6537389. Según la patente de EE.UU. 4820338, los silanos, titanatos o aluminatos se usan con el fin de acelerar un acoplamiento entre las partículas de polvo magnético y un polímero aglutinante orgánico de aislamiento eléctrico. Las partículas de polvo no tienen un revestimiento inorgánico.

55 La patente de EE.UU. 6537389 describe una amplia gama de compuestos que contienen silicio, aluminio o boro como precursores moleculares para producir cerámicas de aislamiento eléctrico sobre polvos magnéticos blandos. Los compuestos precursores se convierten mediante tratamientos térmicos en productos finales cerámicos, metálicos o intermetálicos para mejorar la resistencia a las temperaturas y los disolventes. La patente de EE.UU. 6537389 se distingue de la presente invención, entre otras cosas, en que se usan compuestos órgano-metálicos como precursores para
60 producir revestimientos química y térmicamente resistentes y no como el componente clave que facilite la producción de partes de densidad elevada. Además de ello, los compuestos precursores descritos en los ejemplos de la patente de EE.UU. 6537389 no incluyen un resto lubricante.

65 El (o los) compuesto(s) lubricante(s) usado(s) según la presente invención puede(n) ser usado(s) de forma que se disuelva o disperse en un disolvente adecuado, por ejemplo, un disolvente orgánico como acetona o etanol. La solución o dispersión obtenida es posteriormente añadida en polvo basado en hierro durante la mezclado y opcional el calentamiento. El disolvente es finalmente evaporado óptimamente a vacío.

Según una realización de la invención, el polvo usado tiene partículas gruesas, es decir, el polvo es esencialmente sin partículas finas. La expresión “esencialmente sin partículas finas” está previsto que indique que menos de aproximadamente 5% de las partículas de polvo de hierro o basadas en hierro tienen un tamaño por debajo de 45 μm medido mediante el método descrito en la norma SS-EN 24 497. Hasta ahora los resultados más interesantes se han conseguido con polvos que consisten esencialmente en partículas por encima de aproximadamente 106 μm y, particularmente, por encima de aproximadamente 212 μm . La expresión “que consiste esencialmente” está previsto que indique que al menos un 40%, preferentemente al menos un 60% de las partículas tienen un tamaño de partícula por encima de 106 y 212 μm , respectivamente. Hasta ahora, los mejores resultados se han obtenido con polvos que tienen un tamaño medio de partículas de aproximadamente 250 μm y solamente menos de 3% por debajo de 106 μm . El tamaño máximo de partículas puede ser de aproximadamente 5 mm. La distribución de tamaños de partículas para polvos basados en hierro usados en la fabricación pm está distribuida normalmente en una distribución gaussiana con un diámetro medio de partículas en el sector de 30 a 100 μm y aproximadamente 10-30% menor que 45 μm . Los polvos basados en hierro esencialmente exentos de partículas finas pueden ser obtenidos separando las fracciones más finas del polvo o fabricando un polvo que tenga la distribución deseada de tamaños de partículas.

Según una realización preferida de la invención y contrariamente a la práctica común en la metalurgia de polvos, cuando se usan lubricantes PM convencionales en la mezcla de polvos de hierro, o cuando es usado un lubricante en combinación con un aglutinante y/o tratamientos superficiales, el polvo de hierro o basado en hierro no debe ser mezclado con un lubricante separado (particular) antes de ser transferido a la matriz. Tampoco es necesario usar una lubricación externa (lubricación de las paredes de la matriz) cuando las paredes de la matriz están provistas de un lubricante antes de que se realice la compactación. Sin embargo, la inversión no excluye la posibilidad, cuando sea de interés, de utilizar una lubricación interna convencional (en una cantidad hasta 0,5% en peso), una lubricación externa o una combinación de ambas. El polvo que va a ser compactado puede incluir también aditivos seleccionados entre el grupo que consiste en aglutinantes, lubricantes y agentes mejoradores del flujo. Ejemplos de lubricantes inorgánicos, que pueden ser usados en adición a los lubricantes pm, son nitruro de boro hexagonal y MoS_2 .

Según la presente invención, se pueden preparar materiales compuestos magnéticos blandos que tienen una densidad de al menos 7,45 g/cm^3 compactando de forma uniaxial las nuevas composiciones de polvos en una matriz a elevadas presiones de compactación y sin lubricación de las paredes de la matriz. Cuando la estructura en bruto ha sido expulsada, de la herramienta de compactación puede ser tratada con calor a temperaturas de hasta aproximadamente 700°C.

La expresión “a una presión de compactación elevada” está previsto que indique a presiones de aproximadamente al menos 800 mPa. Se obtienen resultados más interesantes con presiones superiores como presiones por encima de 900, más preferentemente por encima de 1.000 y lo más preferentemente por encima de 1.100. Una compactación convencional a presiones elevadas, es decir, presiones por encima de aproximadamente 800 mPa, con polvos convencionalmente usados que incluyen partículas más finas, es considerada generalmente inadecuada debido a las elevadas fuerzas requeridas con el fin de expulsar los productos compactados de la matriz, el desgaste elevado acompañado de la matriz y el hecho de que las superficies de los componentes tienden a ser menos brillantes o resultar deterioradas. Puede ser obtenida una elevada resistencia eléctrica incluso aunque se usen presiones de compactación elevada para conseguir la densidad elevada. Mediante el uso de los polvos según la presente invención, se ha encontrado inesperadamente que la fuerza de expulsión es reducida a presiones elevadas de aproximadamente 1.000 mPa y que pueden obtenerse componentes que tienen superficies aceptables o incluso perfectas.

La compactación se puede realizar con una instalación estándar, lo que significa que el nuevo método se puede realizar sin inversiones cuantiosas. La compactación se realiza de forma uniaxial y preferentemente en una etapa única a temperatura ambiente o elevada. Alternativamente, la compactación se puede realizar por medio de una máquina de percusión (modelo HYP 35-4 de la empresa Hydropulsor) como se describe en la publicación de patente WO 02/38315.

El tratamiento con calor se puede realizar a las temperaturas normalmente usadas, por ejemplo, hasta temperaturas de aproximadamente 700°C en diferentes tipos de atmósferas o a presión reducida y opcionalmente en presencia de vapor de agua. Antes del tratamiento con calor, los componentes comprimidos pueden ser opcionalmente elaborados y/o limpiados en bruto.

Un objetivo principal de la presente invención es conseguir productos de densidad elevada y, con este fin, es preferido usar polvos gruesos como se describió anteriormente. Sin embargo, se ha encontrado también que estos efectos lubricantes pueden ser obtenidos también en combinación con polvos que incluyen cantidades superiores de partículas finas, es decir, el tipo de polvos que convencionalmente se usan actualmente en la industria de los polvos PM. Los Ejemplos 3 y 5 posteriores ilustran el efecto lubricante de los compuestos órgano-metálicos según la presente invención sobre polvos tanto convencionales como gruesos. Como se puede observar, se obtienen densidades elevadas también con un polvo convencional que incluye cantidades superiores de partículas finas. Las composiciones que incluyen polvos de hierro o basados en hierro con las distribuciones de tamaños de partículas que normalmente se usan actualmente y los agentes lubricantes según la presente invención pueden ser de especial interés para ciertas aplicaciones y, por lo tanto, están también dentro del alcance de la invención.

La expresión “densidad elevada” está previsto que indique productos compactados medios que tienen una densidad de aproximadamente al menos 7,45 g/cm^3 . Una “densidad elevada” no es un valor absoluto. Una densidad típica que

puede ser conseguida según el estado de la técnica para componentes comprimidos una vez y tratados con calor es de aproximadamente $7,2 \text{ g/cm}^3$. Usando una compactación en caliente se puede alcanzar un aumento de aproximadamente $0,2 \text{ g/cm}^3$. En este contexto, la expresión “densidad elevada” está previsto que indique productos compactos que tienen una densidad de aproximadamente $7,45\text{-}7,65 \text{ g/cm}^3$ y por encima, dependiendo del tipo y la cantidad de aditivos usados y del tipo de polvo basado en hierro usado. Naturalmente pueden usarse componentes que tengan densidades inferiores, pero se cree que son de menor interés.

En resumen, la ventaja obtenida usando el polvo y el método según la presente invención es que pueden ser producidas partes de SMC de densidad elevada con costes económicos. Pueden obtenerse partes de SMC con niveles considerablemente elevados de inducción magnética junto con bajas pérdidas del núcleo. Otras ventajas son que se aumenta la resistencia mecánica después del tratamiento con calor y, a pesar de las densidades muy elevadas, las partes compactadas con elevada resistencia eléctrica pueden ser satisfactoriamente expulsadas de las matrices sin una influencia negativa sobre el acabado de las paredes de la matriz y/o sobre las superficies de las partes de SMC compactadas. Por tanto, es posible obtener partes que tengan un excelente acabado superficial. Estos resultados pueden ser obtenidos con una única etapa de compactación. Ejemplos de productos de especial interés para los nuevos productos compactados de polvos son inductores, estatores y rotores para máquinas eléctricas, actuadores, detectores y núcleos de transformadores.

La invención se ilustra adicionalmente por medio de los siguientes ejemplos. Debe entenderse que la presente invención no está limitada a los mismos.

Ejemplo 1

Se usó un polvo atomizado en agua basado en hierro (Somaloy 550[®], disponible en la empresa Höganäs AB, Suecia) como material de partida. Este polvo tiene un tamaño medio de partículas entre 212 y $425 \mu\text{m}$ y menos de un 5% de las partículas tienen un tamaño de partícula por debajo de $45 \mu\text{m}$. Este polvo, que es un polvo de hierro puro, cuyas partículas están eléctricamente aisladas por una barrera fina que contiene fósforo fue tratado con 0,2% en peso de un hexadecil-trimetoxi-silano como agente lubricante. La adición del agente lubricante se realizó como sigue: se diluyó hexadecil-trimetoxi-silano en etanol hasta una solución al 20% en peso y la solución se agitó durante 60 minutos. Se añadió una cantidad de esta solución correspondiente a un 0,2% en peso durante la mezclado al polvo de hierro, que había sido previamente calentado a 75°C en el mezclador. Se llevó a cabo una mezclado intensiva en el mismo mezclador durante 3 minutos, seguida de mezclado a una velocidad inferior durante 30 minutos y en vacío con el fin de evaporar el disolvente. Se usó un polvo correspondiente mezclado con un lubricante convencional para fines de comparación. Este polvo se mezcló con Kenuolube[®] antes de la compactación. La cantidad del lubricante usada fue de un 0,5% de la composición, que es generalmente considerada como una baja cantidad de lubricante para componentes compactados a presiones elevadas.

Se compactaron de forma uniaxial anillos con un diámetro interno de 47 mm y un diámetro externo de 55 mm y una altura de 4 mm en una única etapa a diferentes presiones de compactación de 800, 1000 y 1200 mPa, respectivamente. A pesar de la baja cantidad del agente lubricante órgano-metálico y las elevadas presiones de compactación, las superficies de los componentes no mostraron indicios de deterioro.

Después de la compactación, las partes se trataron con calor a 500°C durante 30 minutos en aire. Los anillos tratados con calor obtenidos se enrollaron con 25 espiras en el mismo sentido y 112 unidades. Las propiedades magnéticas se midieron en un dispositivo LDJ 3500 Hysteresigraph. La Tabla 1 resume la permeabilidad relativa máxima y la inducción magnética a 1.500 y 6.900 A/m respectivamente, medidas bajo condiciones de DC. La pérdida/ciclo del núcleo se midió también a 1 T y a 50 Hz y a 400 Hz, respectivamente.

La siguiente Tabla 1 demuestra los resultados obtenidos.

TABLA 1

Muestra	Presión de compactación MPa	Densidad g/cm ³	μ_{max}	B ₁₅₀₀ (T)	B ₆₉₀₀ (T)	Pérdida/ciclo del núcleo a 1T y 50 Hz (J/kg)	Pérdida/ciclo del núcleo a 1T y 400 Hz (J/kg)
Según la invención	800	7,45	720	1,08	1,53	0,134	0,178
	1000	7,59	790	1,15	1,59	0,126	0,163
	1200	7,64	820	1,18	1,62	0,124	0,165
Ejemplo comparativo	800	7,39	620	0,95	1,46	0,142	0,200
	1000	7,47	590	0,95	1,49	0,140	0,198
	1200	7,49	550	0,92	1,48	0,140	0,193

Como se puede observar a partir de la Tabla 1, la densidad en bruto es significativamente superior para el polvo según la invención y, por tanto, se mejoran las propiedades magnéticas en comparación con los materiales usados en los ejemplos comparativos. El Ejemplo comparativo demuestra también que se obtienen mejoras nulas o solamente menores de las propiedades magnéticas aumentando la presión de compactación hasta 100 MPa y 1200 MPa.

A pesar de la elevada densidad obtenida de las muestras, las pérdidas del núcleo se mantuvieron a un nivel bajo incluso a 400 Hz, lo que muestra que se mantenían las capas de aislamiento eléctrico.

Las muestras producidas según el Ejemplo 1 fueron ensayadas con respecto a la resistencia de rotura transversal (TRS) después de un tratamiento con calor a 500°C durante 30 minutos en aire. La resistencia a la rotura transversal fue ensayada según la norma ISO 3995. La figura 1 muestra la resistencia a la rotura transversal a diferentes niveles de densidad. Debe apreciarse que, incluso a la misma densidad comprimida, la resistencia es inesperadamente superior para el material según la invención.

Ejemplo 2

Un polvo basado en hierro atomizado en agua de pureza muy elevada, cuyas partículas fueron provistas de un revestimiento aislante fino y que tenían un tamaño medio de partículas por encima de 212 μm , fue tratado con 0,1% y 0,2% de hexadecil-trimetoxisilano, respectivamente, según el procedimiento del Ejemplo 1. El mismo polvo basado en hierro sin ningún agente lubricante fue usado como referencia.

Fueron compactadas muestras cilíndricas con un diámetro de 25 mm y una altura de 4 mm en un movimiento de prensa uniaxial a una presión de compactación de 1000 MPa.

La Tabla 2 muestra la energía de expulsión necesaria para expulsar los componentes y la densidad en bruto obtenida. La energía de expulsión es expresada como un porcentaje de la energía de expulsión para la muestra sin agente lubricante.

TABLA 2

cantidad de silano	Densidad en bruto (g/cm ³)	Energía de expulsión relativa, %	Acabado superficial
0%	7,66	100	Deslucido
0,1%	7,67	58	Bueno
0,2%	7,66	48	Bueno

ES 2 348 212 T3

A partir de la Tabla 2 se puede observar que la energía necesaria para la expulsión se reduce considerablemente y el acabado superficial es mejorado mediante adiciones menores de agente lubricante órgano-metálico según la presente invención. Se puede observar también que un aumento de 0,1% a 0,2% en peso de agente lubricante tiene un impacto positivo sobre la energía de expulsión.

Ejemplo 3

Este Ejemplo demuestra el efecto de la cadena larga del grupo o grupos (R_2) sin hidrolizar del compuesto órgano-metálico sobre las propiedades lubricantes en la expulsión después de la compactación con presiones elevadas. En este Ejemplo se usaron varios tipos y cantidades de alquil-alcoxi-silanos (átomo central de Si) como agente lubricante. Se usaron dos tipos de polvo basado en hierro atomizado en agua de pureza elevada provistos con un revestimiento aislante fino y con dos distribuciones diferentes de tamaños de partículas para mostrar la influencia del tamaño de partícula. El polvo S tiene aproximadamente un 14% de las partículas de menos de $45 \mu m$ y un tamaño medio de partículas ponderal de aproximadamente $100 \mu m$. El polvo C tiene una distribución del tamaño de partícula significativamente más gruesa con un tamaño medio de partículas de aproximadamente $250 \mu m$ y menos de 3% por debajo de $106 \mu m$.

Se usaron cinco tipos diferentes de órgano-silanos (A-E):

A Metil-trimetoxi-silano

B Propil-trimetoxi-silano

C Octil-trimetoxi-silano

D Hexadecil-trimetoxi-silano

E Polietilenoéter-trimetoxi-silano con 10 grupos de óxido de etileno.

Se añadieron cinco alquil-alcoxi-silanos diferentes en el intervalo de 0,05 a 3,0% en peso al polvo basado en hierro aislado y las mezclas obtenidas se compactaron a 1.100 MPa en un movimiento de prensa uniaxial en forma de lingotes con un diámetro de 25 mm y una altura de 12 mm. Durante la expulsión, se midió la fuerza de expulsión dinámica por área de desplazamiento unitario y posteriormente se evaluó la superficie en bruto de expulsión y se midió la densidad, como se muestra a continuación en la Tabla 3.

TABLA 3

	Polvo C	Polvo C	Polvo C	Polvo S	Polvo C	Polvo S	Polvo C	Polvo C
Silano	0,05%	0,1%	0,2%	0,2%	0,4%	0,4%	1,0%	3,0%
A								gripa- do
B							gripa- do	
C			gripado	58 N/mm ² escaso 7,60 g/cm ³				
D	89 N/mm ² escaso 7,70 g/cm ³	69 N/mm ² co- rrecto 7,70 g/cm ³	38 N/mm ² correcto 7,68 g/cm ³	63 N/mm ² escaso 7,65 g/cm ³	47 N/mm ² correcto 7,57 g/cm ³	54 N/mm ² correcto 7,54 g/cm ³		
E		80 N/mm ² escaso 7,70 g/cm ³	35 N/mm ² correcto 7,69 g/cm ³	75 N/mm ² escaso 7,64 g/cm ³	32 N/mm ² correcto 7,59 g/cm ³	49 N/mm ² correcto 7,60 g/cm ³		

ES 2 348 212 T3

Como se puede observar a partir de la Tabla 3, una longitud de cadena por debajo de 8 átomos de carbono en la cadena alquílica no proporciona resultados satisfactorios, incluso aunque la cantidad añadida sea elevada. Por tanto, son necesarios al menos 8 átomos en el grupo o grupos de la cadena lubricante (alquilo o polietileno-éter) con el fin de expulsar satisfactoriamente el componente. Se cree que una cantidad por encima de 0,5% es de menos interés, ya que la densidad del componente en bruto quedará negativamente influenciada. La Tabla muestra también que cuando el contenido de órgano-silano es menor que 0,05%, no es posible la expulsión sin deteriorar el componente y la superficie de la matriz para el silano "D" que contiene 16 átomos en el grupo alquilo lubricante. Sin embargo, la geometría del componente así como la calidad de la herramienta tienen un gran impacto sobre el estado de la superficie del componente después de la expulsión. Por lo tanto, pueden ser de interés para algunas aplicaciones cantidades inferiores a 0,05% de agente lubricante, óptimamente mezclado con los convencionalmente usados, es decir, lubricantes particulares.

A partir de la Tabla 3 se puede concluir también que pueden ser obtenidas densidades extremadamente elevadas. El polvo grueso muestra un comportamiento de expulsión superior en comparación con el polvo estándar. Incluso un polvo con una distribución de tamaño de partícula estándar puede ser compactado hasta una densidad elevada (aproximadamente al menos 7.60 g/cm³). Como se indicó anteriormente, el comportamiento de expulsión es también en este caso altamente dependiente de la geometría del componente y del material y la calidad de la herramienta. Por lo tanto, los polvos con una distribución de tamaños estándar pueden ser de interés en algunas aplicaciones.

Ejemplo 4

Este ejemplo demuestra el efecto de lubricación de los compuestos órgano-metálicos con átomos centrales diferentes. En este Ejemplo se examinó el efecto de lubricación de 4 agentes diferentes, es decir, silano, titanato, circonato y aluminato que tienen Si, Ti, Zr y Al como átomo central, respectivamente. Los diversos átomos centrales tienen números de coordinación y propiedades químicas diferentes. Sin embargo, la estructura química del compuesto órgano-metálico se seleccionó de forma que la longitud de cadena del grupo o grupos lubricantes (R₂) mostrará propiedades comparables que puedan ser comparadas con las obtenidas con el hexadecil-trimetoxi-silano (D).

Un polvo basado en hierro atomizado en agua de pureza elevada con revestimiento aislante fino fue tratado con 0,2% en peso de cada compuesto órgano-metálico como agente lubricante. Las mezclas obtenidas se compactaron a 1.100 MPa en un movimiento de prensa uniaxial en forma de lingotes con un diámetro de 25 mm y una altura de 12 mm. Durante la expulsión, se midió la fuerza de expulsión dinámica por desplazamiento unitario y después de la expulsión se evaluó el acabado superficial en bruto y se midió la densidad, como se muestra a continuación en la Tabla 4.

Se examinaron cuatro tipos diferentes de agentes órgano-metálicos (A-D):

- A Isopropil-triisosteatoil-titanato
- B Neopentil(dialil)oxi-trineodecanoil-circonato
- C Diisobutil(oleil)aceto-acetil-aluminato
- D Hexadecil-trimetoxi-silano

TABLA 4

Compuesto órgano-metálico	A	B	C	D
Fuerza de expulsión [N/mm ²]	35	44	50	39
Densidad [g/cm ³]	7,68	7,68	7,68	7,68
Expulsión y calidad de la parte	CORRECTO	CORRECTO	CORRECTO	CORRECTO

ES 2 348 212 T3

Como se puede observar a partir de la Tabla 4, las propiedades lubricantes de todos los compuestos eran satisfactorias. Por tanto, el tipo de átomo central solo muestra una influencia menor sobre las propiedades lubricantes. La longitud de cadena y, en alguna medida, la estructura química del grupo o grupos sin hidrolizar se mostró que proporcionan las propiedades lubricantes según la presente invención.

Ejemplo 5

Se investigó adicionalmente la influencia del tamaño medio de partículas y la distribución de tamaños de partículas. Se prepararon tres polvos diferentes basados en hierro de pureza elevada con diferentes distribuciones del tamaño de partícula, según la Tabla 5, todos ellos aislados con un aislamiento eléctrico fino basado en fosfato. Todas las muestras fueron tratadas según la presente invención con 0,2% p de hexadecil-trimetoxi-silano según el procedimiento descrito en el Ejemplo 1.

Se compactaron muestras cilíndricas con un diámetro de 25 mm y un peso de 50 gramos en un movimiento de prensa uniaxial a una presión de compactación de 1.000 MPa y se obtuvieron densidades en bruto por encima de 7,6 g/cm³ para todas las muestras.

TABLA 5

Distribución del tamaño de partícula	Muestra A (%)	Muestra B (%)	Muestra C (%)
- 45 µm	8,4	0,0	0,1
45-106 µm	52,7	15,5	1,0
106-212 µm	30,0	84,3	37,4
212-315 µm	0,1	0,2	51,0
+ 315 µm	0,1	0,0	10,5
Densidad [g/cm ³]	7,61	7,63	7,62
Acabado superficial	Escaso*	CORRECTO	Bueno

*Una cantidad superior de agente lubricante mejora el acabado superficial.

Se puede observar que el acabo superficial de la muestra C era superior a los de las muestras A y B, respectivamente.

Ejemplo 6

Este Ejemplo ilustra la importancia del aislamiento inorgánico.

Un polvo de hierro de pureza elevada, cuyas partículas estaban eléctricamente aisladas por medio de una barrera fina que contenía fósforo, se comparó con un polvo idéntico sin el aislamiento inorgánico basado en fósforo. Los dos tipos de polvos fueron posteriormente tratados con 0,2% en peso de hexadecil-trimetoxi-silano como agente lubricante según la invención.

Se compactaron uniaxialmente anillos con un diámetro interno de 45 mm y un diámetro externo de 55 mm y una altura de 5 mm en una etapa única a una presión de compactación de 1.100 MPa. Después de la compactación, las partes fueron tratadas con calor a 500°C durante 30 minutos en aire. La resistividad eléctrica se midió mediante el método de cuatro puntos.

ES 2 348 212 T3

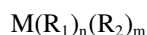
La siguiente Tabla 6 muestra la resistividad eléctrica y la densidad de los componentes compuestos preparados a partir de polvos con y sin partículas aisladas.

TABLA 6

	Resistividad eléctrica [$\mu\text{Ohm} \times \text{m}$]	Densidad [g/cm^3]
Según la invención	150	7,68
Ejemplo comparativo	0,5	7,68

REIVINDICACIONES

1. Una composición de polvos ferromagnéticos para una compactación en matriz para producir partes compuestas magnéticas blandas de densidad elevada que comprenden partículas nucleares magnéticas blandas basadas en hierro en que al menos un 40% de dichas partículas nucleares basadas en hierro consisten en partículas que tienen un tamaño de partícula por encima de $106\ \mu\text{m}$ y en que menos de 5% de dichas partículas nucleares basadas en hierro tienen un tamaño de partícula por debajo de $45\ \mu\text{m}$ y en que la superficie de las partículas nucleares está rodeada por un revestimiento inorgánico aislante y una cantidad lubricante de 0,05-0,5% de un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en silanos, titanatos, aluminatos, circonatos o sus mezclas, que tiene la siguiente fórmula general:



- en la que M es un átomo central seleccionado entre Si, Ti, Al o Zr,

R_1 es un grupo hidrolizable,

R_2 es un grupo que consiste en un resto orgánico lubricante,

en que la suma de $m+n$ es el número de coordinación del átomo central;

n es un número entero ≥ 1 y

m es un número entero ≥ 1 .

2. Una composición según la reivindicación 1, en la que el compuesto está presente como una capa lubricante sobre las partículas aisladas.

3. Una composición según la reivindicación 1 ó 2, en la que R_1 es un grupo alcoxi que tiene menos de 12, preferentemente menos de 6 y, lo más preferentemente, menos de 3 átomos de carbono.

4. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que R_1 es un grupo quelato.

5. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en la que el grupo quelato es un residuo de ácido hidroxiaético ($-\text{O}(\text{O}=\text{C})-\text{CH}_2\text{O}-$) o un residuo de etilenglicol ($-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}-$).

6. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en la que R_2 es un grupo orgánico que incluye entre 6-30, preferentemente 10-24 átomos de carbono y que incluye opcionalmente uno o más heteroátomos seleccionados entre el grupo que consiste en N, O, S y P.

7. Una composición según la reivindicación 6, en la que el grupo R_2 es lineal, ramificado, cíclico o aromático.

8. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 6-7, en la que el grupo R_2 es una cadena seleccionada entre el grupo que consiste en alquilo, éter, éster, fosfo-alquilo, fosfolípido o fosfoamina.

9. Una composición según la reivindicación 8, en la que el R_2 se selecciona entre el grupo que consiste en fosfato, pirofosfato o fosfito.

10. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en la que el compuesto se selecciona entre el grupo que consiste en alquil-alcoxi-silanos y poliéter-alcoxi-silanos.

11. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el compuesto se selecciona entre el grupo que consiste en octil-trimetoxi-silano, hexadecil-trimetoxi-silano, polietileno-éter-trimetoxi-silano, isopropil-triisostearyl-titanato, isopropil-tri(diocetil)fosfato-titanato, neopentil(dialil)oxi-trineodecanoil-circonato, neopentil(dialil)oxi-tri(diocetil)fosfato-circonato y diisobutil-acetoacetil-aluminato.

12. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en la que el revestimiento inorgánico aislante de las partículas basadas en hierro está basado en fósforo.

13. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en la que las partículas nucleares basadas en hierro consisten esencialmente en hierro puro.

14. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que al menos un 60% de las partículas nucleares basadas en hierro consisten en partículas que tienen un tamaño de partícula por encima de $106\ \mu\text{m}$.

ES 2 348 212 T3

15. Una composición de polvos según una cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en la que al menos un 20%, preferentemente al menos un 40% y lo más preferentemente al menos un 60% de las partículas nucleares basadas en hierro consisten en partículas que tienen un tamaño de partícula por encima de $212\ \mu\text{m}$.

5 16. Una composición que comprende un compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1-15, en la que la cantidad del compuesto está presente en una cantidad de 0,07-0,45% y preferentemente 0,08-0,4% en peso.

10 17. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-16, que está opcionalmente mezclada con aditivos como lubricantes particulares, aglutinantes o agentes mejoradores del flujo.

18. Procedimiento para la preparación de materiales compuestos magnéticos blandos que tienen una densidad de al menos $7,45\ \text{g/cm}^3$, que comprende las etapas de

15 - proporcionar una composición de polvos de hierro o basados en hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 1-17;

- compactar uniaxialmente la composición de polvos magnéticos blandos obtenida en una matriz a una presión de compactación de al menos 800 MPa; y

20 - expulsar la estructura en bruto de la herramienta de compactación; y, opcionalmente

- tratar con calor la estructura compactada.

25 19. Procedimiento según la reivindicación 18, en el que la compactación se realiza a una presión de al menos 900 MPa, más preferentemente al menos 1.000 MPa y, lo más preferentemente, por encima de 1.100 MPa.

30

35

40

45

50

55

60

65

