



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 268 047**

51 Int. Cl.:

B22F 3/087 (2006.01)

C22C 33/02 (2006.01)

H01F 1/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02739024 .4**

86 Fecha de presentación : **12.06.2002**

87 Número de publicación de la solicitud: **1404473**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **07.04.2004**

54 Título: **Método de preparación de productos magnéticos blandos de alta densidad.**

30 Prioridad: **13.06.2001 SE 0102103**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2007

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

72 Inventor/es: **Andersson, Ola**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 268 047 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método de preparación de productos magnéticos blandos de alta densidad.

5 Campo de la invención

Esta invención se refiere al campo general de la pulvimetalurgia. En particular, la invención concierne a un procedimiento para la preparación de productos magnéticos blandos de alta densidad.

10 Antecedentes de la invención

En los años recientes se ha extendido el uso de metales en polvo para la producción de componentes magnéticos blandos de núcleo y la investigación se ha dirigido al desarrollo de composiciones de polvo de hierro que intensifican ciertas propiedades físicas y magnéticas sin afectar perjudicialmente a otras propiedades. A este fin se han hecho muchos esfuerzos para proporcionar revestimientos eléctricos que aislen las partículas individuales de polvo de hierro, y se describen en la técnica muchos ejemplos de diferentes revestimientos.

Así, de acuerdo con la patente US 3 245 841, se prepara un polvo aislado tratando polvo de hierro con una solución de revestimiento que incluye ácido fosfórico y ácido crómico. Se describen también revestimientos aislantes en las patentes US 5 798 177 y DE 34 39 397. De acuerdo con estas publicaciones, se obtienen los revestimientos tratando polvos basados en hierro con soluciones de revestimiento que incluyen ácido fosfórico. Los productos compactados preparados a partir de los polvos aislados se tratan luego térmicamente. En la patente US 4 602 957 se describe otro tipo de revestimiento. De acuerdo con esta patente, se prepara un núcleo de polvo magnético tratando un polvo de hierro con una solución acuosa de dicromato potásico, secando el polvo, comprimiendo el polvo para formar un compacto y tratando térmicamente el compacto a sustancialmente 600°C. En otros procedimientos conocidos, las partículas de hierro blando se revisten con materiales termoplásticos antes del procesamiento. Las patentes US 4 947 065 y 5 198 137 dan cuenta de procedimientos en los que los polvos de hierro se revisten con un material termoplástico. Se describe un procedimiento más reciente para revestir polvos basados en hierro para aplicaciones magnéticas blandas en el documento PCT SE97/00283. Así, recientemente, usando diferentes tipos de revestimientos y técnicas de revestimiento se han mejorado considerablemente propiedades deseadas tales como alta permeabilidad en un intervalo de frecuencias extendido, alta resistencia en estado comprimido, bajas pérdidas del núcleo y adecuación para las técnicas de moldeado por compresión.

Además del desarrollo de polvos revestidos para aplicaciones magnéticas blandas, también se han hecho esfuerzos con el fin de mejorar las propiedades de polvos no revestidos según se describe en la patente US 6 331 270.

Se ha encontrado ahora que se pueden mejorar las propiedades magnéticas, tales como la permeabilidad inicial en función de la frecuencia (estabilidad de frecuencia), usando una técnica de compactación a alta velocidad (HVC), que se describe más detalladamente más adelante. Es especialmente inesperado que, para una densidad dada, la permeabilidad inicial a diferentes frecuencias es significativamente más alta con esta técnica HVC, y que estas propiedades se han observado tanto para partículas de polvo aisladas como no aisladas.

Objetivos de la invención

Un objetivo de la invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de productos magnéticos blandos de alta densidad, en particular productos que tienen una densidad por encima de 7,25, preferiblemente por encima de 7,30, muy preferiblemente, por encima de 7,35 g/cm³.

Un segundo objetivo es proporcionar un procedimiento de compactación adaptado para uso industrial en la producción en masa de tales productos de alta densidad.

Un tercer objetivo es proporcionar cuerpos compactados que tienen una alta densidad y alta resistencia en verde.

Un cuarto objetivo es proporcionar cuerpos compactos magnéticamente blandos que tienen una alta permeabilidad inicial.

Sumario de la invención

En resumen, el procedimiento para preparar compactos de alta densidad para aplicaciones magnéticas blandas en campos magnéticos alternativos comprende las etapas de someter un polvo magnético blando basado en hierro a la compactación HVC con un movimiento de presión uniaxial con una velocidad de ariete de cómo mínimo 2 m/s. Las partículas de polvo pueden, pero no deben, aislarse eléctricamente.

Descripción detallada de la invención

El polvo de base, esto es, el polvo no aislado, puede ser un polvo de hierro atomizado con agua, sustancialmente puro, o un polvo de esponja de hierro que tiene partículas de forma irregular. En este contexto, el término “sustancialmente puro” significa que el polvo debe estar sustancialmente libre de inclusiones y que las cantidades de las

impurezas O, C y N deben mantenerse al mínimo. Por lo general, los tamaños medios de partícula son inferiores a 300 μm y superiores a 10 μm . Son ejemplos de tales polvos, ABC 100.30, ASC 100.29, AT40.29, ASC 200, ASC 300, NC 100.24, SC 100.26, MH 300, MH40.28, MH 40.24, asequibles de Höganäs AB, Suecia.

Se puede aplicar un revestimiento aislante con el fin de mejorar las propiedades en campos magnéticos alternativos. Un revestimiento así permite también un tratamiento térmico que intensifica más las propiedades magnéticas. Se cree que el revestimiento y el procedimiento de revestir no son críticos y el revestimiento podría ser, por ejemplo, cualquiera de los descritos antes. Son especialmente preferidos los revestimientos delgados basados en fósforo y silicona, aluminio y titanio.

Con el fin de obtener productos que tienen la alta densidad deseada de acuerdo con la presente invención, es importante el procedimiento de compactación. El equipo de compactación usado normalmente no trabaja de manera suficientemente satisfactoria, puesto que la deformación en el equipo será demasiado grande. Se ha encontrado ahora que las altas densidades requeridas se pueden obtener usando una máquina de percusión controlada con ordenador descrita en la patente US 6202757. En particular, el ariete de impacto de esta máquina de percusión se puede usar para impactar el punzón superior de una matriz que incluye el polvo en una cavidad que tiene la forma correspondiente a la forma deseada del componente final compactado. Cuando se suplementa con un sistema para sostener una matriz, por ejemplo, una matriz usada convencionalmente, y una unidad para el llenado con polvo (que también puede ser de tipo convencional), esta máquina de percusión permite un procedimiento industrialmente útil para la producción de compactos de alta densidad. Una ventaja especialmente importante es que, en contraste con los procedimientos previamente propuestos, este dispositivo accionado hidráulicamente permite la producción masiva (producción continua) de tales componentes de alta densidad.

En la patente US 6202757 se afirma que el uso de la máquina de percusión implica el moldeo "adiabático". Puesto que no es totalmente claro que la compactación sea adiabática en significado estrictamente científico, los solicitantes han usado el término compactación a alta velocidad (HVC) para este tipo de compactación, en la que la densidad del producto compactado está controlada por la energía transferida al polvo.

De acuerdo con la presente invención, la velocidad del ariete debe ser superior a 2m/s. La velocidad del ariete es una manera de proporcionar energía al polvo a través del punzón. No existe una equivalencia lineal entre la presión de compactación en una prensa convencional y la velocidad del ariete. La compactación que se obtiene con esta HVC controlada con ordenador depende, además de la velocidad del ariete de impacto, *inter alia*, de la cantidad de polvo a compactar, el peso del cuerpo de impacto, el número de impactos o golpes, la longitud de impacto y la geometría final del componente. Además, unas cantidades grandes de polvo requieren más impactos que cantidades pequeñas de polvo. Así, las condiciones óptimas para la compactación HVC, esto es, la cantidad de energía cinética que se puede transferir al polvo, pueden deducirse mediante experimentos realizados por un experto en la técnica. Contrariamente a lo que propugna la patente US 6 202 757, no es necesario usar una secuencia de impacto específica que implique un golpe ligero, un golpe de alta energía y un golpe de energía media para la compactación del polvo. De acuerdo con la presente invención, los golpes (si se necesita más de un golpe) pueden ser esencialmente idénticos y proporcionar la misma energía al polvo.

Los experimentos con el equipo existente han permitido velocidades del ariete de hasta 30/s, como lo ilustran los ejemplos, obteniéndose densidades en verde altas con velocidades del ariete de aproximadamente 10 m/s. El procedimiento de acuerdo con la presente invención no está restringido, sin embargo, a estas velocidades de ariete, pero se cree que se pueden usar velocidades de ariete de hasta 100 m/s o incluso hasta de 200 o 250 m/s. Unas velocidades del ariete de menos de aproximadamente 2 m/s no tienen un efecto pronunciado sobre la densificación. Se prefiere que la velocidad del ariete sea superior a 3 m/s. Muy preferiblemente, la velocidad del ariete es superior a 5 m/s.

La compactación se puede realizar con un molde lubricado. También es posible incluir en el polvo a compactar un lubricante particular adecuado. Alternativamente, se puede usar una combinación de ellos. El lubricante se puede seleccionar entre los lubricantes convencionalmente usados, tales como jabones de metales, ceras y materiales termoplásticos tales como poliamidas, poliimidas, poliolefinas, poliésteres, polialcóxidos, polialcoholes. Son ejemplos específicos de lubricantes, estearato de zinc, H-wax® y Kenolube®. La cantidad de lubricante puede variar hasta como máximo 1% en peso de la composición de polvo.

La invención se ilustra más con los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la posibilidad de obtener una permeabilidad inicial alta con un polvo magnético blando (Somaloy 500, adquirible de Höganäs, Suecia) cuyas partículas están aisladas eléctricamente.

Se usaron 100 g de polvo en una herramienta anular con las dimensiones de $\varnothing 72/56$. Se usaron el procedimiento de compactación original y el HVC. Se ensayaron las dos mezclas siguientes:

ES 2 268 047 T3

Somaloy 500 + 0,2% de Kenolube*

Somaloy 500 + 0% de Kenolube*

* Lubricante adquirible de Höganäs AB, Suecia.

La máquina de compactación era el modelo HYP 35-4 de Hydropulsor, Suecia.

Para ambas mezclas y ambos procedimientos de compactación se usó el mismo tipo de lubricación de la pared del molde.

La densidad en verde se determinó por el principio de Arquímedes (1).

$$\rho = m_{\text{aire}} / (m_{\text{aire}} - m_{\text{agua}}) \quad (1)$$

m_{aire} = masa en el aire

m_{agua} = masa en agua.

La altura, el diámetro exterior y el interior se midieron en cada muestra. Después de la compactación, los toroides se devanaron con 25 vueltas de alambre de cobre aislado. La inductancia de la bobina se midió a 1000 y 2000 Hz con un inductímetro HP 4284 A LCR. La inductancia se midió a baja corriente (10 mA) y la permeabilidad inicial se calculó según (2):

$$\mu_{\text{in}} = L * 10^{-3} / (N^2 * A * \mu_0)$$

L = inductancia medida en μ Henry

l = longitud magnética en cm

N = número de vueltas

A = sección transversal en cm^2

μ_0 = permeabilidad del espacio libre.

Las muestras tienen la misma geometría y se ensayaron exactamente de la misma manera. A una densidad dada, se pudo observar en cuanto a la permeabilidad inicial una diferencia inesperada entre las muestras compactadas por HVC y las compactadas convencionalmente, como se puede ver en la Fig. 1. Las velocidades de ariete para la compactación HVC fueron de aproximadamente 7-8 m/s.

Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra la posibilidad de obtener alta permeabilidad inicial y alta estabilidad de frecuencia con un polvo (ABC 100.30, asequible de Höganäs, Suecia) cuyas partículas no están totalmente aisladas eléctricamente antes de la compactación.

Las muestras tienen la misma geometría y se ensayaron exactamente de la misma manera. A una densidad dada, se pudo observar una diferencia inesperada entre las muestras compactadas por HVC y las compactadas convencionalmente, como se puede ver en las Figs. 2 y 3. Se añadió al polvo de hierro antes de la compactación 0,2% y 0,5%, respectivamente, de un lubricante particular (Kenolube®). La longitud de los golpes usados para la compactación HVC en la Fig. 2 era de 85 y 100 mm, que corresponden a velocidades de ariete de 8 y 9 m/s, respectivamente. La longitud de los golpes usados para la compactación HVC en la Fig. 3 era de 70 y 90 mm, que corresponden a una velocidad de ariete de 7,5 y 8,5 m/s, respectivamente.

Ejemplo 3

Se compactaron por HVC con doble impacto anillos con las dimensiones de $\varnothing 50/30 \times 10$ mm. El material del anillo era Somaloy 500^{MC} mezclado con 0,5 o 0,1% de Kenolube^{MC}. La compactación de la mezcla que contenía 0,1% de Kenolube se hizo con ayuda de la lubricación de la pared. La Tabla 1 da los datos de compactación y en verde y el % de la densidad teórica.

ES 2 268 047 T3

TABLA 1

Datos de compactación

Material	Energía del impacto 1 [Nm]	Energía del impacto 2 [Nm]	Energía total de compactación [Nm]	Densidad en verde [g/cm ³]	% de la densidad teórica
Somaloy 500 +0,5% de Kenolube	1778	3111	4889	7,52	99,6
Somaloy 500 +0,1% de Kenolube	2667	4000	6667	7,68	98,9

Después de la compactación HVC y tratamiento térmico a 500°C durante 30 min al aire, las muestras se devanaron con 25 vueltas del devanado secundario y 150 vueltas del devanado excitador y se midieron en un gráfico de histéresis LDJ 3500. La Tabla 2 demuestra que se puede alcanzar con HVC una alta inducción magnética para componentes de hierro no sinterizado. Se mantiene una alta resistividad que se puede ver fácilmente en los datos de pérdida de núcleo de la Tabla 2.

TABLA 2

Propiedades magnéticas

Material	B @ 10kA/m	$\mu_{\max}$	Pérdida de núcleo/ciclo @ IT (J/kg)	
			50 Hz	200 Hz
Somaloy 500 + 0,5% de Kenolube	1,55	530	0,112	0,130
Somaloy 500 + 0,1% de Kenolube	1,67	660	0,106	0,127

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar compactos de alta densidad para aplicaciones magnéticas blandas en campos magnéticos alternativos, que comprende las etapas de

someter un polvo magnético blando de hierro o basado en hierro a una compactación HVC (compactación a alta velocidad) con un movimiento de presión uniaxial con una velocidad de ariete de como mínimo 2 m/s.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque la compactación se realiza a una velocidad de ariete de más de 3, preferiblemente de más de 5 m/s.

3. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, **caracterizado** porque la compactación está controlada por la energía de impacto transferida al polvo.

4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la compactación se realiza como compactación en caliente.

5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes para la preparación de compactos que tienen una densidad superior a aproximadamente 96% de la densidad teórica.

6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes para la preparación de compactos que tienen una densidad superior a aproximadamente 98% de la densidad teórica.

7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque las partículas de polvo están aisladas eléctricamente.

8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque la compactación se realiza en un molde lubricado con o sin lubricante interno.

9. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque la compactación se realiza con un polvo que incluye como máximo 1, preferiblemente como máximo 0,5 en peso de un lubricante.

FIGURA 1

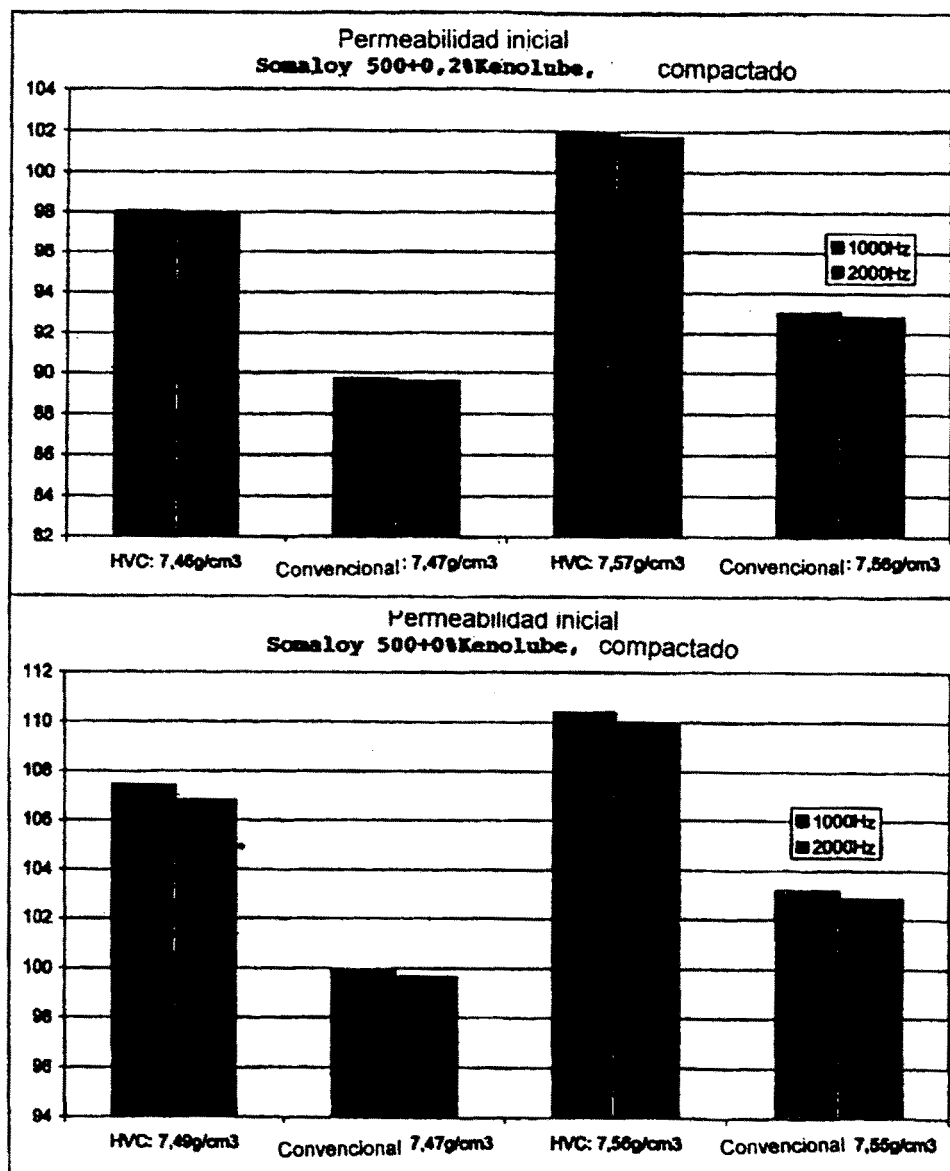


FIGURA 2

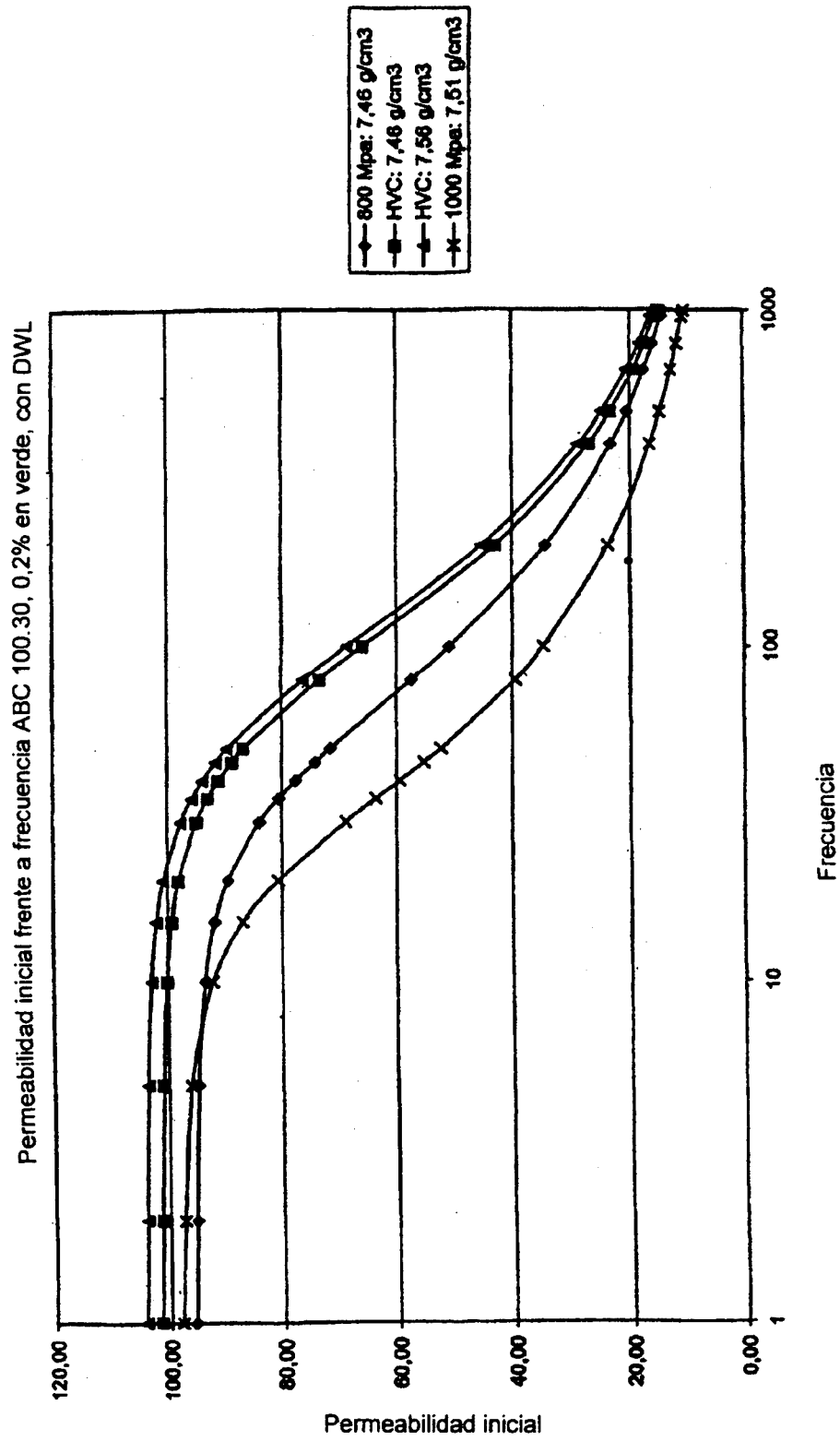


FIGURA 3

