

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0620868-1 A2**

(22) Data de Depósito: 20/12/2006
(43) Data da Publicação: 29/11/2011
(RPI 2134)



(51) *Int.Cl.:*
B22F 1/00
C22C 33/02

(54) **Título:** COMPOSIÇÃO DE PÓ METALÚRGICO

(30) **Prioridade Unionista:** 30/12/2005 SE 05 02933-5,
30/12/2205 US 60/755,006

(73) **Titular(es):** Hoganäs AB

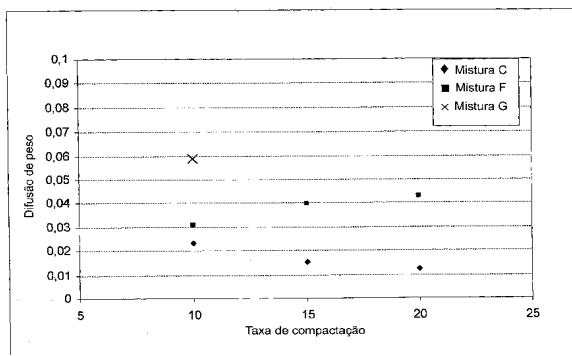
(72) **Inventor(es):** Hilmar Vidarsson, Per Knutsson, Per-Olof
Larsson

(74) **Procurador(es):** Dannemann ,Siemsen, Bigler &
Ipanema Moreira

(86) **Pedido Internacional:** PCT SE2006001443 de
20/12/2006

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/078232de
12/07/2007

(57) **Resumo:** COMPOSIÇÃO DE PÓ METALÚRGICO. A presente invenção refere-se a uma composição metalúrgica para produção de peças compactadas, compreendendo: (a) pelo menos cerca de 80 por cento de um pó de ferro ou à base de ferro; (b) até cerca de 20 por cento em peso de pelo menos um pó de ligação; (c) de cerca de 0,05 a cerca de 2 por cento em peso de um agente de aglutinação compreendendo um álcool graxo $C_{14}-C_{30}$; e (d) de cerca de 0,001 a cerca de 0,2 por cento em peso de um agente de fluxo.





Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**COMPOSIÇÃO DE PÓ METALÚRGICO**".

Campo da Invenção

5 A presente invenção refere-se a uma nova composição de pó metálico para a indústria de pó metalúrgico. Particularmente a invenção refere-se a uma composição de pó Pa base de ferro que inclui um aglutinante para aglutinar aditivos, tais como elementos de ligação, às partículas à base de ferro.

Antecedentes da Invenção

10 Na indústria o uso de produtos metálicos fabricados compactando-se e sinterizando-se a composição de pó à base de ferro está tornando-se crescentemente difundido. Os requisitos de qualidade desses produtos metálicos são continuamente aumentados, e como consequência são desenvolvidas novas composições de pó tendo propriedades melhoradas. Algumas das mais importantes propriedades do produto sinterizado final são a densidade e a tolerâncias dimensionais, que devem ser consistentes. Problemas com variações de dimensões no produto final freqüentemente se originam da falta de homogeneidade na mistura do pó a ser compactado. Esses problemas são especialmente pronunciados com as misturas de pós
15 que incluem componentes empoeirados, que diferem em tamanho, densidade e forma, uma razão porque ocorre a segregação durante o transporte, armazenagem e manuseio da composição de pó. Essa segregação implica que a composição não é uniformemente composta, o que por sua vez significa que peças feitas da composição do pó são compostas diferentemente e
20 consequentemente têm diferentes propriedades. Um outro problema é que partículas finas, particularmente aquelas de menor densidade tais como grafite, provocam a produção de poeira durante o manuseio da mistura de pó.

O pequeno tamanho de partícula dos aditivos também cria problemas com as propriedades de fluxo do pó, isto é, a capacidade do pó de
30 comportar-se como pó de fluxo livre. Um fluxo enfraquecido se manifesta no tempo aumentado para se encher a cavidade de um molde com o pó, o que significa uma menor produtividade e um risco maior de variações na densi-

dade do componente compactado, o que pode levar a deformações inaceitáveis após a sinterização. Além disso, para se ejetar o componente compactado do molde, minimizar o desgaste da superfície do molde e para se obter peças que tenham bom acabamento de superfície sem arranhões, é essencial que a força necessária para ejetar o componente do molde seja baixa.

Foram feitas tentativas para resolver os problemas descritos acima pela adição de diferentes agentes de aglutinação e lubrificantes à composição do pó. O propósito do aglutinante é ligar firmemente e efetivamente as partículas de tamanho pequeno de aditivos, tais como componentes de ligação, à superfície das partículas do metal base e, conseqüentemente, reduzir os problemas de segregação e formação de poeira. O propósito do lubrificante é reduzir a fricção interna e externa durante a compactação da composição de pó e acima de tudo reduzir a força necessária para ejetar o produto compactado final do molde.

Vários agentes de ligação orgânicos foram desenvolvidos, veja, por exemplo, as Patente Norte Americana nºs 4.483.905 (Engstrom), 4.676.831 (Engstrom), 4.834.800 (Semel), 5.298.055 (Semel), 5.290.336 (Luk), 5.368.630 (Luk). A Patente Norte Americana Nº 5.480.469 (Storstrom) fornece uma breve revisão do uso de agentes de ligação na indústria da metalurgia do pó.

Na recentemente publicada patente WO 2005/061157 é descrita uma combinação aglutinante/lubrificante de cera de polietileno e etileno bisestearamida. Na composição do pó usado para compactação, a cera de polietileno está presente como uma camada de revestimento no ferro ou nas partículas à base de ferro e aglutina as partículas do elemento de ligação e as partículas de etileno bis-estearamida às partículas de ferro ou à base de ferro. É preferido que a composição também inclua um ácido graxo e um agente de fluxo. Uma boa combinação de propriedades de Densidade Aparente, fluxo, aglutinação e lubrificação para a composição metalúrgica do pó, contendo uma combinação aglutinante/lubrificante incluindo a cera de polietileno e o etileno bisestearamida é alcançada quando o peso molecular médio da cera de polietileno está entre 500 e 750.

Foi agora descoberto que composições à base de ferro tendo densidade aparente notadamente melhorada e também um fluxo melhorado, podem ser obtidas se álcoois graxos forem usados ao invés de cera de polietileno. De modo geral foi descoberto que álcoois graxos em combinação com agentes de fluxo dão resultados interessantes em relação à densidade aparente e ao fluxo. A densidade aparente é essencial para o projeto da ferramenta. Um pó com baixa densidade aparente precisa uma maior altura de enchimento, o que resulta desnecessariamente em ferramentas de alta pressão, e isso, por sua vez, resultará em uma compactação mais longa e em pancadas para ejeção. Conforme mencionado previamente o fluxo é importante para a produtividade. Foi também inesperadamente descoberto que quando as novas composições metálicas de pó, que incluem álcoois graxos como aglutinante e um agente de fluxo, são compactadas, os compactos verde obtidos têm excelente estabilidade de peso, isto é, uma dispersão de baixo peso dentro de um conjunto de compactos verde. Esta propriedade é, naturalmente, de capital importância para a produção de um produto de alta performance.

Álcoois graxos foram mencionados na literatura da patente juntamente com lubrificação na Patente Norte Americana N° 3.539.472. Especificamente essa patente ensina que pequenas quantidades de álcoois graxos pode ser incluídas nos lubrificantes consistindo principalmente em amidas ou diamidas. A patente não se preocupa com misturas ligadas.

Também a pedido de patente japonês 04-294 782, número de publicação número 06-145701 menciona que álcoois graxos podem ser usados como lubrificantes. São especificamente mencionados os álcoois C30, os álcoois C50 e os álcoois C60. O texto da aplicação também menciona álcoois graxos mais altos como aglutinantes.

Sumário da Invenção

A presente invenção refere-se então a uma nova composição de pó metalúrgico compreendendo um pó de ferro ou à base de ferro, pelo menos um agente de ligação, e um álcool graxo como aglutinante. Para executar satisfatoriamente, o álcool graxo deve ser um álcool graxo saturado ou

não saturado, de cadeia reta ou ramificada, preferivelmente saturado e de cadeia reta, C₁₄-C₃₀. A nova composição de pó deve também incluir um agente de fluxo. A presente invenção também refere-se a um método de produção da composição acima.

5 Descrição Detalhada da Invenção

As composições de pó metalúrgico contêm um pó de ferro ou à base de ferro em uma quantidade de pelo menos 80% em peso da composição do pó metalúrgico. O pó à base de ferro pode ser qualquer tipo de pó à base de ferro tal como um pó de ferro atomizado com água, pó de ferro re-
10 duzido, pó à base de ferro pré-ligado ou pó à base de ferro ligado por difusão. Tais pós são, por exemplo, o pó de ferro ASC100.29, o pó à base de ferro ligado por difusão Distaloy AB contendo Cu, Ni e Mo, o pó à base de ferro Astaloy CrM e Astaloy CrL préligados com Cr e Mo, todos disponibilizados pela Höganäs AB, Suécia.

15 As partículas do pó de ferro ou à base de ferro têm normalmente um tamanho médio de partícula de até 500 microns; mais preferivelmente as partículas terão um tamanho médio de partícula na faixa de cerca de 25-150 microns, e mais preferivelmente 40-100 microns.

Exemplos de elementos de ligação que são aglutinados às par-
20 tículas de ferro ou à base de ferro podem ser selecionados do grupo consistindo em grafite, Cu, Ni, Cr, Mn, Si, V, Mo, P, W, S e Nb. Esses aditivos são geralmente pós tendo um tamanho de partícula menor que o pó à base de ferro, e a maioria dos elementos de ligação têm um tamanho de partículas menor que cerca de 20 µm . A quantidade de elementos de ligação nas
25 composições metalúrgicas do pó depende do elemento de ligação específico e das propriedades finais desejadas para o componente sinterizado. Geralmente pode ser de até 20% em peso. Outros aditivos em pó que podem estar presentes são materiais de fase dura, materiais formadores de fase líquida e agentes de aumento da capacidade de usinagem.

30 Álcoois graxos usados para aglutinar os elementos de ligação e/ou aditivos opcionais são preferivelmente saturados, de cadeia reta e contêm de 14 a 30 átomos de carbono uma vez que eles têm um ponto de fusão

vantajoso para a técnica de aglutinação por fusão usada para ligar os elementos de ligação e/ou outros aditivos opcionais. Os álcoois graxos são preferivelmente selecionados do grupo consistindo em álcool cetílico, álcool estearílico, álcool araquidílico, álcool beenílico e álcool lignocerílico, e mais preferivelmente selecionado do grupo consistindo em álcool estearílico, álcool araquidílico e álcool beenílico. A quantidade de álcool graxo usado pode estar entre 0,05 e 2, preferivelmente entre 0,1 e 1 e mais preferivelmente entre 0,1 e 0,8 % em peso da composição metalúrgica. Também composições de álcoois graxos podem ser usados como aglutinantes.

10 Para transmitir um fluxo satisfatório às novas composições de pó são adicionados agentes de fluxo. Tais agentes são conhecidos previamente, por exemplo, da Patente Norte Americana N° 3.357.818 e da Patente Norte Americana 5.782.954 que descrevem que metal, óxidos metálicos ou óxido de silício podem ser usados como agente de fluxo.

15 Resultados especialmente bons foram obtidos quando negro-de-fumo foi usado como agente de fluxo. O uso de negro-de-fumo como está descrito no pedido sueco co- pendente 0401778-6 que está aqui incorporada como referência. Foi descoberto que a quantidade de negro-de-fumo deve estar entre 0,001 e 0,2% em peso, preferivelmente entre 0,01 e 0,1%. Além
20 disso, foi descoberto que o tamanho de partícula primário do negro-de-fumo deve estar preferivelmente abaixo de 200 nm, mais preferivelmente abaixo de 100 nm, e mais preferivelmente ainda abaixo de 50 nm.

25 De acordo com uma concretização preferida, a área de superfície específica deve estar entre 150 e 1000 m²/g conforme medido pelo método BET.

30 Para aumentar a compressibilidade do pó, e para facilitar a ejeção do componente verde, um lubrificante orgânico ou uma combinação de diferentes lubrificantes pode ser adicionado à composição de pó metalúrgico. O lubrificante pode estar presente como um pó em partículas livres ou aglutinado à superfície do pó à base de ferro.

Embora o álcool graxo que é usado como aglutinador tenha propriedades lubrificantes, pode ser conveniente usar-se um lubrificante adi-

cional. O tipo de lubrificante orgânico sólido da invenção não é crítico, mas devido às desvantagens dos lubrificantes orgânicos metálicos (que geram resíduos de óxidos metálicos durante a sinterização), o lubrificante orgânico preferivelmente não inclui metal. O estearato de zinco é um lubrificante usado comumente dando boas propriedades de fluidez e alta densidade aparente. Entretanto, apesar de gerar resíduos de óxido de zinco durante a sinterização, uma outra desvantagem é que o material pode gerar manchas nas superfícies dos componentes sinterizados. Assim, o lubrificante orgânico pode ser selecionado a partir de uma ampla variedade de substâncias orgânicas que tenham propriedades lubrificantes. Exemplos de tais substâncias são ácidos graxos, ceras, polímeros, ou derivados e suas misturas. Lubrificantes preferidos são amidas primárias, tais como amida esteárica, amida araquídica e amida beênica, amidas secundárias, tais como amida estearil-esteárica, e bisamidas, tais como etileno bisestearamida.

Em relação às quantidades, foi descoberto que a quantidade de álcool graxo deve ser de 10 a 90% em peso dos pesos do aglutinante combinado, do agente de fluxo e do lubrificante. A quantidade total de aglutinante, agente de fluxo e, opcionalmente, lubrificante, pode variar de 0,1 a 2% em peso da composição do pó metalúrgico.

Breve Descrição do Desenho

A figura 1 é um diagrama mostrando a diferença na dispersão de peso em diferentes taxas de produção quando se usa uma composição de pó metalúrgico conforme a invenção em comparação com as composições de pó metalúrgico convencionais.

A invenção é também ilustrada pelos exemplos a seguir, não limitativos.

Exemplo 1

Foram preparadas diferentes misturas metalúrgicas de pós à base de ferro, conforme a tabela 1. Como pó à base de ferro, foi usado o pó de ferro atomizado com água ASC100.29 disponibilizado pela Höganäs AB, Suécia. Exceto os aglutinantes, lubrificantes e agentes de fluxo conforme a tabela 1, 2% em peso da mistura total à base de ferro, de pó de cobre, ma-

lha 100, disponibilizado pela Makin Metal Powder Ltd., e foram adicionados 0,8% em peso do total da mistura à base de ferro, de grafite, UF 4 (disponibilizado pela Graphit Kropfmühl AG, Alemanha).

5 Etileno bisestearamida (EBS) foi disponibilizado como Licowax® pela Clariant (Alemanha) e dióxido de silício foi disponibilizado como Aerosil pela Degussa AG (Alemanha). Álcool beenílico, álcool estearílico e álcool cetílico foram disponibilizados pela Sasol Germany GmbH e o negro-de-fumo foram disponibilizados pela Degussa AG.

10 Nas misturas A-C & H-I, foram usados 0,6% em peso da mistura total de pó à base de ferro, de um lubrificante (chamado "amida primária C18-22" abaixo) consistindo essencialmente em amidas primárias saturadas de cadeia reta de grau técnico tendo comprimentos de cadeia de 18, 20 e 22 átomos de carbono, contendo assim amida esteárica (cerca de 40%), amida araquídica (cerca de 40%), e amida beênica (cerca de 20%). Como lubrificante na mistura D-F, foram usados 0,6% de etileno bisestearamida (EBS) e na mistura G 0,8% de etileno bisestearamida (EBS). Nas misturas A-E & H-J, foram usados 0,2% em peso da mistura total de pó à base de ferro de álcool graxo (em H foi usada uma mistura de dois álcoois graxos), e na mistura F, foram usados 0,2% em peso da mistura total de pó à base de ferro de uma cera de polietileno tendo um peso molecular de 655 (um aglutinante conforme o WO 2005/061157).

25 Os componentes nas misturas A-F & H-J foram misturados vigorosamente, e durante a mistura a temperatura foi aumentada até acima do ponto de fusão do aglutinante, para as misturas A-E & H-J até 75°C e para a mistura F até 105°C. Durante o resfriamento subsequente, as partículas mais finas da mistura foram aglutinadas à superfície das partículas maiores do pó à base de ferro pelo aglutinante solidificador. No caso de um agente de fluxo ter sido adicionado, ele foi adicionado após a solidificação do aglutinante durante o resfriamento da mistura. Os componentes da mistura G foram misturados sem qualquer aquecimento uma vez que esta mistura não foi aglutinada.

Tabela 1. Misturas preparadas de pó metalúrgico à base de ferro.

Mistura	Aglutinante	Lubrificante	Agente de fluxo	
A	álcool beenílico	C18-C22 amida primária	—	exemplo comparativo
B	álcool beenílico	C18-C22 amida primária	dióxido de silício	exemplo conforme a invenção
C	álcool beenílico	C18-C22 amida primária	negro-de-fumo	exemplo conforme a invenção
D	álcool beenílico	EBS	—	exemplo comparativo
E	álcool beenílico	EBS	negro-de-fumo	exemplo conforme a invenção
F	PE 655	EBS	dióxido de silício	exemplo comparativo
G	—	EBS	—	exemplo comparativo
H	Mistura de estearila e álcool beenílico	C18-C22 amida primária	negro-de-fumo	exemplo conforme a invenção
I	álcool cetílico	C18-C22 Amida primária	negro-de-fumo	exemplo conforme a invenção
J	álcool cetílico	estearato de zinco	negro-de-fumo	exemplo conforme a invenção

A taxa de fluxo Hall foi medida conforme a ISO 4490 e a densidade aparente foi medida conforme a ISO 3923.

Tabela 2. Taxa de fluxo e densidade aparente das misturas de pó metalúrgico à base de ferro

Mistura	Fluxo Hall segundos / 50 gramas	Densidade aparente (AD) [g / cm ³]
A	29,0	3,16
B	23,2	3,22
C	23,8	3,32
D	29,6	3,08
E	27,1	3,20
F	25,5	3,06
G (premix)	33,0	3,03
H	24,1	3,27
I	24,2	3,25
J	23,7	3,26

A Tabela 2 mostra que apesar das boas taxas de fluxo, um aumento substancial da densidade aparente é obtido quando se usa composições de pós à base de ferro conforme a invenção.

Para as misturas C, D, G, H, I e J as propriedades lubrificantes foram também medidas, pela gravação da energia total por área desenvolvida necessária para ejetar uma amostra compactada do molde bem como o pico da força de ejeção por área envolvida. Os componentes tinham forma de anéis com um diâmetro externo de 55mm, um diâmetro interno de 45 mm e uma altura de 15 mm, e as pressões de compactação aplicadas foram 400, 500, 600 e 800 MPa.

Tabela 3. Pico de força de ejeção e energia de ejeção

Mix	Pico da força de ejeção [N / mn ²]				Energia de ejeção [J / cm ²]			
	400 MPa	500 MPa	600 MPa	800 MPa	400 MPa	500 MPa	600 MPa	800 MPa
C	24,3	29,3	31,7	35,2	26,4	32,9	37,0	41,5
D	25,0	29,5	32,3	38,0	30,3	37,9	43,5	49,4
G	22,7	28,3	32,3	36,7	32,3	40,3	46,6	52,2
H	22,4	28,9	31,8	35,0	26,0	33,2	36,5	41,1
I	17,7	21,5	24,5	28,0	28,2	34,1	37,8	38,9
J	20,6	25,7	30,1	36,0	34,8	43,4	48,0	51,6

A Tabela 3 mostra que quando se usa uma composição contendo álcool cetílico (16 C) ou álcool beenílico (22 C), ou uma mistura de álcool estearil (18 C) e álcool beenil, e a mistura amida (amidas graxas primárias) como combinação lubrificante/aglutinante para produção de um componente compactado, a energia total necessária para ejetar o componente é reduzida substancialmente.

Exemplo 2

A estabilidade de peso, isto é, a difusão de peso entre os componentes durante uma corrida de produção, foi também gravada quando se produzem componentes para as misturas C, F e G. Componentes em forma de anel tendo um diâmetro externo de 25 mm, um diâmetro interno de 19 mm e uma altura de 15 mm foram compactados em uma corrida de produção contínua a uma pressão de compactação de 600 MPa, e a três diferentes taxas de compactação (10, 15 e 20 pancadas por minuto). Foram produzidos 250 componentes de cada mistura, e a cada taxa de produção. (Para a mistura G taxas maiores que 10 pancadas/minuto não foram alcançáveis devido ao enchimento incompleto da ferramenta).

A figura 1 mostra a estabilidade de peso obtida a cada taxa de compactação para as misturas C, F e G expressa como desvio padrão para os pesos dos componentes. Como pode ser visto da figura 1, uma melhoria

substancial da estabilidade de peso é alcançada quando se produzem componentes a partir da mistura conforme a invenção (mistura C) comparado aos componentes produzidos a partir de uma mistura conforme o WO 2005/061157 (mistura F) e comparado aos componentes produzidos de uma 5 pré-mistura não aglutinada contendo o lubrificante usado comumente etileno bisestearamida (mistura G). Isto é especialmente pronunciado a taxas de compactação mais altas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de pó metalúrgico para produção de peças compactadas, compreendendo:

5 (a) pelo menos cerca de 80 por cento em peso de um pó de ferro ou à base de ferro;

(b) até cerca de 20 por cento em peso de pelo menos um pó de ligação;

10 (c) de cerca de 0,05 até cerca de 2 por cento em peso de um agente aglutinante compreendendo um álcool graxo saturado ou não saturado, de cadeia reta ou ramificada, C_{14} - C_{30} ; e

(d) de cerca de 0,001 a cerca de 0,2 por cento em peso de um agente de fluxo.

2. Composição de pó de acordo com a reivindicação 1, em que o álcool graxo é saturado e de cadeia reta.

15 3. Composição de pó de acordo com a reivindicação 1, em que o álcool graxo é selecionado do grupo consistindo em álcool cetilo, álcool estearil, álcool araquidil, álcool beenil e álcool lignoceril.

20 4. Composição de pó de acordo com a reivindicação 1, em que o álcool graxo é selecionado do grupo consistindo em álcool estearil, álcool araquidil e álcool beenil.

5. Composição de pó de acordo com a reivindicação 1, em que o agente de fluxo é escolhido do grupo consistindo em negro-de-fumo e dióxido de silício.

25 6. Composição de pó de acordo com a reivindicação 1, em que o agente de fluxo é negro-de-fumo.

7. Composição de pó de acordo com a reivindicação 6, em que o tamanho de partículas do negro-de-fumo preferivelmente está abaixo de 200 nm, mais preferivelmente abaixo de 100 nm, e mais preferivelmente ainda abaixo de 50 nm.

30 8. Composição de pó de acordo com a reivindicação 1, também compreendendo um lubrificante orgânico, em pó e livre de metais.

9. Composição de pó de acordo com a reivindicação 8, em

10. que o lubrificante orgânico, em pó e livre de metais é escolhido do grupo consistindo em amida esteárica, amida araquídica, amida benênica, amida estearil-esteárica e etileno bisestearamida.

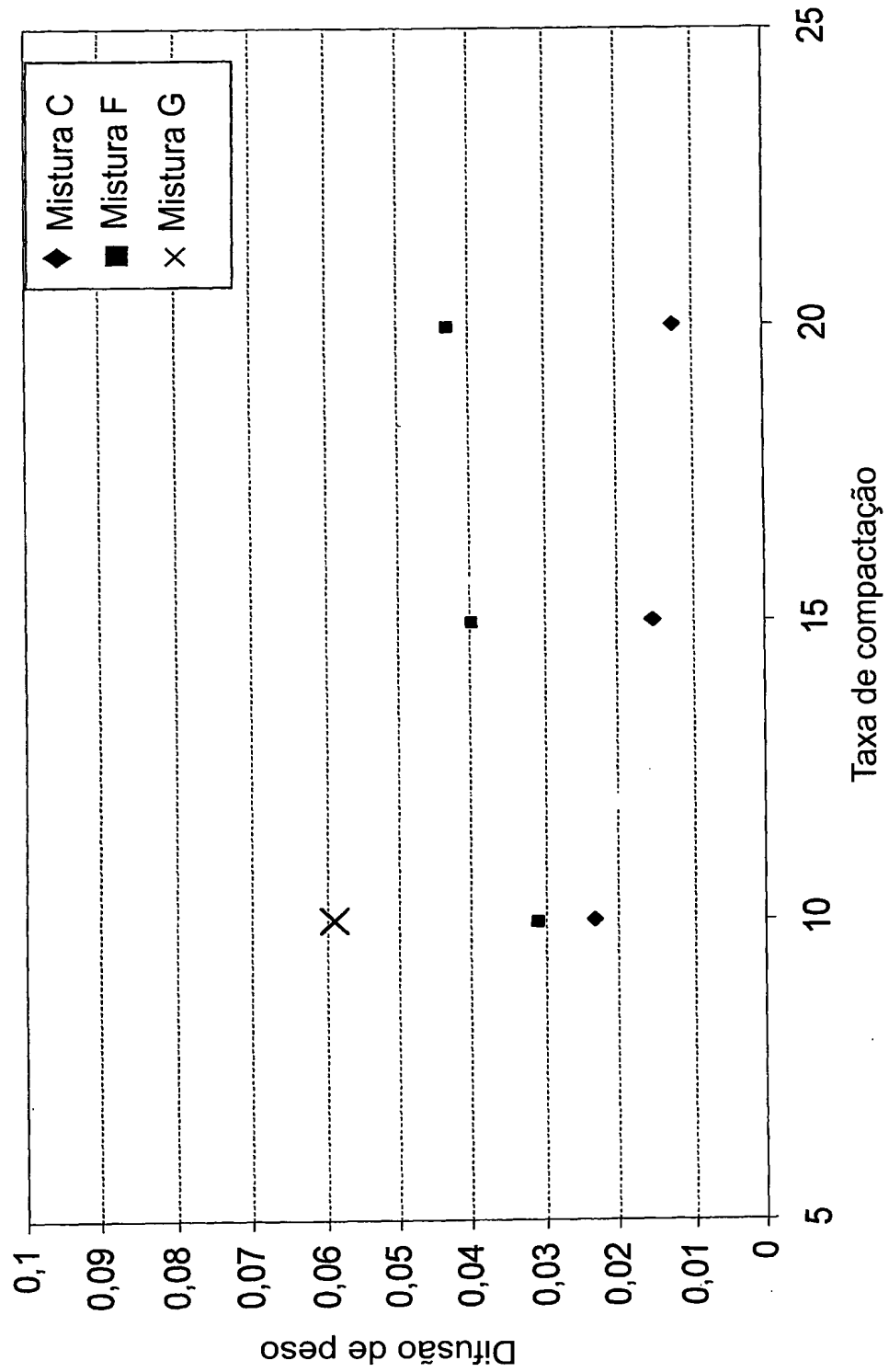
5 11. Composição de pó de acordo com a reivindicação 8, em que o lubrificante orgânico, em pó e livre de metais é beenamida.

12. Um método para a produção de uma composição de pó metalúrgico para produção de peças compactadas, compreendendo:

10 fornecimento dos seguintes componentes: pelo menos 80% em peso de um pó de ferro ou à base de ferro, até 20% em peso de pelo menos um pó de ligação, de 0,05 a 2% em peso de um agente de aglutinação compreendendo um álcool graxo C_{14} - C_{30} e de 0,001 a 0,2 em peso de um agente de fluxo;

15 mistura dos componentes acima a uma temperatura acima do ponto de fusão do aglutinante; e
resfriamento da mistura.

Fig 1



RESUMO

Patente de Invenção: **"COMPOSIÇÃO DE PÓ METALÚRGICO"**.

5 A presente invenção refere-se a uma composição metalúrgica para produção de peças compactadas, compreendendo: (a) pelo menos cerca de 80 por cento de um pó de ferro ou à base de ferro; (b) até cerca de 20 por cento em peso de pelo menos um pó de ligação; (c) de cerca de 0,05 a cerca de 2 por cento em peso de um agente de aglutinação compreendendo um álcool graxo C_{14} - C_{30} ; e (d) de cerca de 0,001 a cerca de 0,2 por cento em peso de um agente de fluxo.