



P.- 21.053

L.T.T. 31

266660

266660

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 18 de Abril de 1961, con el nº 266.660

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de LIGNES TELEGRAPHIQUES ET TELEPHONIQUES, entidad francesa, establecida en 89 Rue de la Faisanderie, -
París, Francia.

por:

" UN METODO DE PREPARAR POLVOS PARA COMPRESION
Y TRATAMIENTO TERMICO "

La presente invención se refiere al empleo de lubricantes y agentes aglutinantes en la fabricación de piezas obtenidas por compresión de sustancias en polvo, particularmente de materiales ferromagnéticos en polvo de hierro, aleaciones, óxidos o sales metálicas, o de polvos cerámicos o metálicos, y, hablando en términos generales, a las correspondientes piezas o partes obtenidas por compresión.

Es bien conocido, en el ramo de la metalurgia de polvos y productos cerámicos, el empleo de sustancias

266660



que actúan como lubricantes y agentes aglutinantes o adhesivos en la fabricación de piezas comprimidas; estas sustancias son luego eliminadas, más o menos enteramente, mediante un tratamiento térmico adecuado, antes del tratamiento final de sinterización o recocido.

En particular, para materiales ferromagnéticos de polvos de aleaciones o de polvos de óxidos metálicos, por ejemplo, ferritas, cuya fabricación constituye una importante rama de la metalurgia de materiales en polvo, es sabido que su composición óhmica es de grandísima importancia, y se ha descubierto que la mayoría de los agentes aglutinantes y lubricantes en uso común actualmente no pueden utilizarse porque dejan residuos a una temperatura suficientemente elevada para permitir reacciones químicas con el material ferromagnético, lo cual tiene en particular efectos perjudiciales sobre las propiedades magnéticas.

Conforme a la presente invención se propone, en la preparación de polvos de hierro, aleaciones, óxidos o sales metálicas destinados a la estampación de núcleos magnéticos, y en general, de cualesquiera otras partes obtenidas por compresión de polvos metálicos, cerámicos u otros, emplear, como lubricante a añadir a los polvos a estampar, hexilenglicol o metil-2 pentanodiol 2-4, $(\text{CH}_3 \cdot (\text{C}(\text{OHCH}_3) \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CHOH} \cdot \text{CH}_2))$ mezclado con un material plástico que actúa de agente aglutinante; dicho material plástico puede ser acetato de polivinilo, alcohol polivinílico o nitrocelulosa.- La mezcla de hexilenglicol y uno de estos materiales, posiblemente por medio de un disolvente adecuado, tiene la doble propiedad de lubrican-

266660



te y agente aglutinante y dá lugar a un producto que no
deja prácticamente residuo alguno después de un adecua-
do tratamiento térmico, a una temperatura lo bastante -
baja para que no haya siquiera reacción alguna con el -
5 material en cuestión, lo cual es esencial cuando se tra-
ta de un material magnético.

La adición de éstas sustancias en mezcla fa-
cilita la fabricación de productos comprimidos de forma
complicada (tales como núcleos en L, en U, cóncavos y -
10 otros), y en particular de los que tienen sección recta
variable; en realidad los ángulos agudos se mantienen -
muy bien, y la fragilidad de la pieza comprimida se re-
duce considerablemente.

El empleo de mezclas de estas sustancias ha-
15 ce posible eliminar la operación de lubricar las pare--
des del molde de compresión, lo cual permite estampar -
piezas, incluso de forma complicada, a velocidad rápida,
por medio de una prensa automática; el desgaste de los
20 moldes de compresión se reduce, asegurándose su buena -
conservación.

Asimismo, el uso de mezclas de estas sustan-
cias, posiblemente con el auxilio de un disolvente ade-
cuado, hace posible obtener polvos que pueden ponerse -
en forma de gránulos muy adecuados para el proceso de estampa-
25 ción, en particular por medio de moldes de compresión -
múltiples en prensa automática, llenando el molde o los
moldes de compresión por medios volumétricos, proceso -
que exige el empleo de los polvos en forma granular de
30 un diámetro todo lo constante posible a fin de reducir
la dispersión de llenado, que no se aglomeren antes de

266660



la compresión y lo bastante plastificados para que el en
lace se efectúe por completo después de una compresión a
presiones del orden de 5 toneladas por centímetro cuadra
do y aún más, y con los que, después de la operación de
5 sinterización, se obtienen piezas de apariencia homogénea.

El residuo seco de un líquido siruposo forma
do por un 6% de acetato de polivinilo, alcohol de polivi
nilo y 9% de hexilenglicol, en solución de una mezcla de
acetona y alcohol metílico, después de caldeo en aire du
10 rante cuatro horas a 600° C, es menor del 0,30%.

El residuo seco de un líquido siruposo forma
do por un 5,5% de nitrocelulosa de alrededor del 13% de
nitrógeno, 8% de hexilenglicol y la adición, como disol
ventes volátiles, de acetato de etilo, acetona, metilal
15 (dimetoximetano), etc., después de un caldeo en aire du
rante 15 horas a 220° C, es asimismo menor del 0,30%.

Es posible, por lo tanto, agregar a los pol--
vos magnéticos unas cantidades de estas mezclas, que pue
den llegar hasta el 6% del peso inicial de los polvos, -
20 sin modificación alguna esencial de las propiedades mag
néticas de los productos acabados, como se pone de mani
fiesto por los resultados obtenidos para los tres ejem--
plos que se dan más adelante, y figuran en las tablas co
rrespondientes; en particular, la reducción de la permea
25 bilidad no sobrepasa del 16%.

Asimismo, el coste de estas sustancias no es
muy elevado; no ofrecen peligro fisiológico alguno, y -
los riesgos de inflamación, en el caso de soluciones de
mezclas de hexilenglicol con acetato de polivinilo o al
30cohol polivinílico son muy ligeros.

26660



Estas sustancias pueden utilizarse con ventaja disueltas en diversos disolventes, agua, acetona, alcohol metílico, etc., en el caso de mezclas de alcohol polivinílico y hexilenglicol; acetato de etilo, acetona, metanol, etc., en el caso de una mezcla de nitrocelulosa y hexilenglicol.- Estos disolventes facilitan la adición de las sustancias al polvo por medio de un mezclador de paletas, y posiblemente su granulación haciéndolas pasar entre dos tamices de diferente tamaño de malla, devolviendo luego al mezclador el polvo muy fino.

EJEMPLO I

Una mezcla de óxidos metálicos (óxido férrico, óxido de manganeso y óxido de cinc) se muele en un molino de hierro con bolas de acero durante 24 horas, siendo la composición molecular de la mezcla, antes de la molienda, la siguiente:

52,5 Fe₂O₃, 28,3 MnO₂, 19,2 ZnO,
en porcentaje molecular.

También se añadió un 0,1% en peso de calcio en forma de carbonato cálcico, es decir, 0,2% CaO en moléculas.

A unas muestras de esta mezcla en forma de polvo se les agregó una mezcla de hexilenglicol y alcohol polivinílico con, como disolvente, una mezcla de agua y alcohol metílico.- La cantidad de hexilenglicol es del 3% en peso de la mezcla en polvo, y las cantidades de alcohol de polivinilo son respectivamente iguales, para las diferentes muestras, al 1%, al 2% y al 3% del peso de la mezcla de polvos.- Todas estas muestras, así como una muestra sin adición, como control, se comprimen en



266660

forma de toroides, se caldean a 500°C durante unas 15 horas, y se mantienen durante alrededor de 15 horas a esta temperatura en una estufa que no es hermética al aire ambiente, colocada en el mismo horno y son recocidas a 1235°C en nitrógeno con un bajo contenido percentual de oxígeno.

Los resultados obtenidos se ilustran en la Tabla I; la permeabilidad y las pérdidas se definen de la manera que se indica a continuación.

La permeabilidad μ indicada es la permeabilidad medida para un campo de 2 milioersteds, es decir, la "permeabilidad inicial" para una frecuencia de 800 c/s y a la temperatura de 20°C.

Los coeficientes de pérdidas utilizados son los definidos para una frecuencia de 800 c/s, un campo de 1 amperio-vuelta por centímetro y una inductancia de 1 henrio, a la temperatura de 20°C, de acuerdo con la relación:

$$R_p = F_n \frac{f^2}{800^2} L = h \frac{N \cdot I}{l_{nm}} \frac{f}{800} L + t \frac{f}{800} L$$

en la cual:

R_p es la resistencia de pérdidas en corriente alterna, en el núcleo magnético de una bobina de autoinducción, en ohmios;

L es la inductancia de esta bobina en henrios;

f es la frecuencia en ciclos por segundo;

N es el número de espiras del arrollamiento de la bobina;

I es el valor eficaz de la corriente en el devanado, en amperios;

l_{nm} es la longitud de la línea de fuerza magné--



266660

tica media, en cm.

Todas las características magnéticas indicadas se refieren a los núcleos toroidales cuyas dimensiones normales son las siguientes:

5

diámetro exterior = 29,0 mm,

diámetro interior = 15,9 mm,

altura = 5,2 mm,

es decir, una sección recta de aproximadamente $0,33 \text{ cm}^2$.

10

Los coeficientes de pérdidas F_n por corrientes parásitas, de pérdidas por histéresis h y de pérdidas residuales t , relativas a un circuito magnético continuo (por ejemplo, un núcleo toroidal) se miden en las condiciones siguientes:

15

El coeficiente de pérdidas por corrientes parásitas F_n , expresados en ohmios por henrio, para la frecuencia $f = 800 \text{ c/s}$, se mide entre 100 y 200 kc/s para un campo de 2 milioersteds y a una temperatura de aproximadamente 20° C .

20

El coeficiente de pérdidas por histéresis h , expresado en ohmios por henrio para un campo de $\frac{N \cdot I}{l_{nm}} = 1 \text{ Av/cm}$ y para la frecuencia de $f = 800 \text{ c/s}$, se mide entre campos de 2 y 22 milioersteds a la frecuencia de 800 c/s y a la temperatura de unos 20° C .

25

El coeficiente de pérdidas residuales t , expresado en ohmios por henrio y para la frecuencia $f = 800 \text{ c/s}$ se deduce de la ordenada en el origen de las curvas

$\frac{R_p}{f \cdot L} = F(t)$, para un campo cero y a una temperatura de alrededor de 20° C .

30

Se han introducido los coeficientes $\frac{F_n}{\mu} \cdot 10^3$

266660



y $\frac{h}{\mu} \cdot 10^6$, que permiten juzgar la calidad de los diferentes materiales y que no dependen de entrehierro alguno en el circuito magnético en consideración.

T A B L A I

| Adición de alcohol de polivinilo (+3% hexilenglicol) | Permeabilidad inicial | Coefficiente de pérdidas por corrientes parásitas | Coefficiente de pérdidas por histéresis |
|--|-----------------------|---|---|
| % | μ | $\frac{F_n}{\mu} \cdot 10^3$ | $\frac{h}{\mu} \cdot 10^6$ |
| 10 0 (control sin adición alguna) | 2720 | 0,20 | 300 |
| 1 | 2690 | 0,15 | 320 |
| 2 | 2540 | 0,15 | 400 |
| 3 | 2300 | 0,18 | 500 |

15 Las pérdidas residuales t_r son muy bajas y no pudieron medirse en la práctica.

E J E M P L O 2

20 Los núcleos toroidales se han preparado de la misma manera que para el ejemplo I., pero el producto que se ha agregado al polvo de óxidos metálicos mezclado con 3% de hexilenglicol, es de acetato de polivinilo con un punto de fusión de 150°C, en cantidades respectivamente iguales al 1%, 2% y 3%, siendo el disolvente una mezcla de acetona y alcohol metílico.

25

Los núcleos toroidales se han caldeado a 400°C.

Los resultados obtenidos se indican en la Tabla II que sigue:

266660



T A B L A III

| 5 | Adición de mezcla de hexilenglicol y nitrocelulosa con 13% de nitrógeno (en partes iguales) | Permeabilidad inicial | Coeficiente de pérdidas por corrientes parásitas | |
|----|---|-----------------------|--|------------------------------|
| | | | $\frac{F_n}{\mu} \cdot 10^3$ | $\frac{h}{\mu^2} \cdot 10^6$ |
| % | μ | | | |
| 0 | (control sin adición alguna) | 2720 | 0,20 | 300 |
| 1 | | 2800 | 0,15 | 200 |
| 3 | | 2700 | 0,12 | 300 |
| 10 | 6 | 2550 | 0,12 | 300 |

Las pérdidas residuales t_i son muy bajas y no pudieron medirse en la práctica.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 10 de Mayo de 1960, bajo el nº 826.721 (Sena), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de ésta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

12.- Un método de preparar polvos para compresión y tratamiento térmico, que incluye la operación

266660



de añadir a dicho polvo una mezcla de hexilenglicol y un material plástico capaz de actuar como agente aglutinante.

5 2º.- Un método según el punto 1º, en el cual dicho polvo consiste en óxidos o sales metálicos para hacer núcleos ferromagnéticos.

3º.- Un método según los puntos 1º o 2º, en el cual dicho polvo consiste en óxido férrico, óxido de manganeso u óxido de zinc.

10 4º.- Un método según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual se añade también a dicho polvo un disolvente para dicha mezcla.

5º.- Un método según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual dicho material plástico es acetato de polivinilo.

15 6º.- Un método según cualquiera de los puntos 1º a 5º, en el cual dicho material plástico es alcohol polivinílico.

20 7º.- Un método según cualquiera de los puntos 1º a 5º, en el cual dicho material plástico es nitrocelulosa.

8º.- Un método según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual se añade a dicha mezcla 3% en peso de hexilenglicol.

25 9º.- Un método según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual se añade a dicha mezcla 3% en



peso de material plástico.

266660

10.- UN METODO DE PREPARAR POLVOS PARA COM--
PRESION Y TRATAMIENTO TERMICO.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de 12 (doce) hojas escri--
tas por una sola de sus caras.

Madrid,

8 JUN 1961

P. A.

Arde

~~E.F.G.~~ - *[Signature]*