

16 MAR. 1963

P.- 23.803

L.T.T. 39



283562

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

ler. CERTIFICADO DE ADICION

formulada el 20 de Diciembre de 1962, con el N<sup>o</sup> 283.562

e n

E S P A Ñ A

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

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL" Núm. 266.660, expedida el 12 de Junio de 1961, por: "Un método para preparar polvos para compresión y tratamiento térmico"

---

Este invento se refiere a mejoras en el uso de lubricantes y agentes aglutinantes en la fabricación de piezas obtenidas por la compresión de polvos, particularmente materiales ferromagnéticos de polvos de hierro, aleaciones, óxidos o sales metálicas o de polvos cerámicos o metálicos y en general de las partes correspondientes obtenidas por compresión.

Es sabido, en la técnica de metalurgia de polvos y de productos cerámicos, emplear sustancias que actúan como lu-



bricantes y agentes aglutinantes cuando se fabrican piezas comprimidas o estiradas; éstas sustancias son entonces eliminadas más o menos por completo por un tratamiento térmico adecuado, antes del tratamiento final de sinterización o temple.

5           En particular, para materiales ferromagnéticos de polvos de aleaciones o de polvos de óxidos metálicos, por ejemplo ferritas, cuya fabricación constituye una rama especial de la metalurgia de polvos, es sabido que su composición química tiene una importancia muy grande, y se ha establecido  
10 que no pueden usarse la mayoría de los lubricantes y agentes aglutinantes corrientes, porque dejan un residuo a una temperatura suficientemente alta para permitir reacciones químicas con el material ferromagnético, y esto tiene un efecto particularmente desastroso sobre las propiedades magnéticas,  
15 dieléctricas o aislantes.

Segun el presente invento se prevé en la preparación de polvos de hierro, aleaciones, óxidos o sales metálicas para núcleos magnéticos, dieléctricos o aislantes y, en general de todas las otras piezas obtenidas por compresión o es-  
20 tirado de polvos metálicos, de cerámica u otros polvos, el uso, como un lubricante para su adición a polvos a ser comprimidos o estirados de metil-2 pentanodiol 2-4, ó exilen-glicol, como se llamará a este producto en las páginas que siguen, mezclado con un material plástico y que actúa como agente aglutinante  
25 como se describe en la solicitud antes citada. Sin embargo, el material plástico usado es la solución en agua de una sal amónica de copolímero de acetato de polivinilo que puede mezclarse con agua en cualquier proporción. La mezcla de exilen-glicol con este material posee la propiedad doble de agente lubri-  
30 cante y agente aglutinante. Sin embargo, el empleo del agente

283562



aglutinante particular da un producto que apenas deja un residuo después de un tratamiento térmico adecuado a una temperatura suficientemente baja para que no haya ninguna reacción con el material en cuestión, lo cual es esencial cuando es un material magnético, dieléctrico o aislante. El residuo es notablemente inferior al obtenido con los aglutinantes reivindicados en la solicitud anterior, en la cual quedaba aproximadamente tres veces más del residuo.

La adición de estas sustancias por mezcla facilitó la fabricación de productos comprimidos de forma complicada, tales como núcleos en forma de L, en forma de U, en forma de bote y otros núcleos..., y en particular los que tienen una sección transversal variable. En realidad, los ángulos agudos se sostienen muy bien y se reduce considerablemente la fragilidad de la pieza comprimida.

El empleo de mezclas de estas sustancias hace posible eliminar la operación de lubricación de las paredes del molde de compresión, lo cual hace posible el estampado de piezas, aunque sean de formas complicadas, a una velocidad rápida, por medio de una prensa automática; se reduce el desgaste de los moldes de compresión, y se asegura su buena preservación.

Además, el empleo de mezclas de estas sustancias, posiblemente con la ayuda de un disolvente adecuado, hace posible obtener polvos a los que puede darse las formas de gránulos muy adecuados para el procedimiento de estampado, en particular por medio de moldes de compresión con varias impresiones por una prensa automática, llenando el molde o moldes de compresión por medios volumétricos, un procedimiento que necesita el empleo de polvos en forma granulada que tengan un diámetro tan constante como sea posible a fin de reducir la dis-

993562



persión de carga, que no se aglomeren mutuamente entre sí antes de la compresión, y suficientemente plastificados para que se efectúe completamente la unión despues de la compresión a presiones del orden de 5 toneladas por centímetro cuadrado y aún mas, y que, después de la operación de sintetizado, se obtengan partes de aspecto homogéneo.

El residuo seco de una solución acuosa formada por 6% de una sal amónica de un copolímero de acetato de polivinilo y 9% de hexilen glicol, despues de calentar en el aire durante 4 horas a 600°, es menor de 0,1%.

Es posible, por lo tanto, añadir a polvos magnéticos cantidades de esta mezcla las cuales pueden llegar hasta el 10% del peso inicial de los polvos, sin ninguna modificación sustancial de las propiedades magnéticas de los productos acabados, como se muestra por los resultados obtenidos en los tres ejemplos que se dan en lo que sigue y que se indican en la tabla correspondiente; en particular no se detecta reducción de la permeabilidad.

Además el coste de estas sustancias no es muy alto, no ofrecen peligro fisiológico alguno y los riesgos de ignición son muy ligeros.

Estas sustancias pueden ventajosamente usarse disueltas en agua. Este disolvente facilita la adición de las sustancias al polvo por medio de un mezclador de paleta, y posiblemente su granulación pasando entre dos tamices de diferente tamaño de malla, volviendo entonces el polvo muy fino al mezclador;

Una mezcla de óxidos metálicos (sesquióxido férrico, óxido de manganeso y óxido de zinc) es molida en un molino de hierro con bolas de acero durante 24 horas, siendo la com-

16 M



posición molecular de la mezcla antes de la molienda como sigue:

52,5 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 28,3 MnO, 19,2 ZnO

5 en porcentaje molecular. Es posible, por supuesto, emplear óxido de manganeso salino Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, bióxido de manganeso MnO o cualquier otra composición de óxido de manganeso. El grado de oxidación de estos óxidos se tiene en cuenta al calcular la composición.

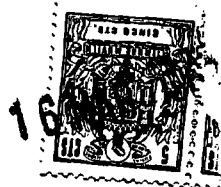
10 Se ha añadido también 0,1% en peso de calcio en forma de carbonato cálcico, es decir 0,2 Cao en moléculas.

15 A las muestras de esta mezcla en forma de polvo se les añade una mezcla de hexilen glicol y una solución acuosa de una sal amónica de un copolímero de acetato de polivinilo, por ejemplo el conocido comercialmente como Movilith Ct 5 A, por Farbwerke Hoechst A.G. Las cantidades de hexilen-glicol son respectivamente iguales, para las muestras diferentes, a 1 a 2 y a 5% en peso de dicha mezcla en polvo, y las cantidades de sal amónica de un copolímero de acetato de polivinilo son respectivamente iguales, para las diferentes muestras, a 1 a 2 y 5% del peso de dicha mezcla en polvo. Todas estas muestras y también una muestra sin adición, para actuar como control, son comprimidas en forma de toroides, calentadas a 500°C durante aproximadamente 15 horas y mantenidas durante aproximadamente 15 horas a esta temperatura en una estufa que no está obturada herméticamente del aire ambiente, 20 colocadas en la misma estufa y recocidas a 235°C en nitrógeno que contiene un porcentaje bajo de oxígeno.

25 Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

30 La permeabilidad y las pérdidas se definen como se indica en lo que sigue:

283502



La permeabilidad  $\mu$  indicada es la permeabilidad medida para un campo de 2 milioerstedes, es decir, la permeabilidad "inicial" para una frecuencia de 800 c/s a la temperatura de 20°C.

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

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

En la cual:

$R_p$  es la resistencia de pérdida de corriente alterna en el núcleo magnético de una bobina de inductancia, en ohmios.

$L$  es la inductancia de esta bobina en henrys,

$f$  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 arrollamiento, en amperios

$l_{mm}$  es la longitud de la línea media de fuerza magnética en centímetros.

Todas las características magnéticas indicadas se refieren a los núcleos toroides de los cuales las dimensiones "standard" son como sigue:

Diámetro externo = 29,0 mm,

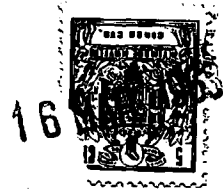
diámetro interno = 15,9 mm.

altura = 5,2 mm.

es decir una sección transversal de aproximadamente 0,33 cm<sup>2</sup>.

Los coeficientes de las pérdidas por corrientes parásitas,  $F_n$ , de las pérdidas por histéresis  $h$  y pérdidas de  $t$  de arrastre, que se refieren a un circuito magnético continuo,

283562



un núcleo toroide por ejemplo, son medidas bajo las siguientes condiciones:

5 El coeficiente de las pérdidas por corrientes parásitas  $F_n$ , expresado en ohmios por henry, para la frecuencia  $f = 800$  c/s es medido entre 100 y 200 Kc/s, para un campo de 2 milioersteds y a una temperatura de aproximadamente 20°C.

10 El coeficiente de perdidas por histéresis  $b$ , expresado en ohmios por henry para un campo de  $\frac{N \cdot I}{l_{nm}} = 1$  A.v/cm y para la frecuencia  $f = 800$  c/s, es medido entre campos de 2 y 22 milioersteds a la frecuencia de 800 Kc/s y a la temperatura de aproximadamente 20°C.

15 El coeficiente  $t$ , de perdidas por arrastre, expresado en ohmios por henry para una frecuencia de  $f = 800$  c/s, es deducido de la ordenada en el origen de las curvas  $\frac{R_p}{f \cdot l} = F(f)$  para un campo nulo y a una temperatura de aproximadamente 20°C.

20 Los coeficientes  $\frac{F_n}{l} \cdot 10^3$  y  $\frac{b^2}{l} \cdot 10^6$ , los cuales hacen posible juzgar la calidad de los materiales diferentes, han sido introducidos y no dependen del entrehierro en el circuito magnético bajo consideración.

283562



TABLA No. I

5

10

15

Adición de exilen-glicol %	Adición de sal amónica de copolimero de acetato de polivinilo %	Permeabilidad inicial $\mu$	Coefficiente de pérdidas por corrientes parásitas $-\frac{F}{n} \cdot 10^3$ $\mu$	Coefficiente de pérdidas por histéresis $-\frac{h}{2} \cdot 10^6$ $\mu$
0 (control sin ninguna adición)	0 (control sin ninguna adición)	2.720	0,20	300
1	1	2,720	0,18	420
2	2	2.900	0,30	380
5	5	2.850	0,20	470

Las pérdidas  $t$  por arrastre son muy bajas y no pueden medirse en la práctica.

20

Ha de comprenderse que la descripción anterior de ejemplos específicos de este invento no debe considerarse como una limitación de su alcance.

25

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 21 de Diciembre de 1961, bajo el número FV. 882.660, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

283562



Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de ler. Certificado de Adición en España, son los siguientes:

1º.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal número 266.660 por un método de preparar polvos para su uso en la producción de cuerpos cerámicos con forma a sinterizar a elevadas temperaturas, que da por resultado dejar un residuo despreciable, caracterizadas porque dicho método consiste en añadir a dichos polvos una mezcla de metil-2 pentanodiol 2,4 y una sal amónica de copolímero de acetato de polivinilo en una cantidad de hasta 10% en peso de los polvos.

2º.- Mejoras según el punto 1 según las cuales la mezcla añadida a los polvos citados está en solución en un disolvente volátil.

3º.- Mejoras según el punto 2, según las cuales dicho disolvente es agua.

4º.- Mejoras según el punto 1, según las cuales dichos polvos son de materiales ferro-magnéticos.

5º.- Mejoras según el punto 4, según las cuales dichos polvos son de óxidos para formar ferritas ferromagnéticas por lo cual no resulta de dicha mezcla añadida una reducción significativa en la permeabilidad inicial de la ferrita.

6º.- Mejoras según el punto 1, según las cuales dichos polvos están en forma granulada, teniendo los gránulos, aproximadamente, diámetros constantes.

7º.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal número 266.660.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y

283562



1963

con los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 MAR. 1963

P.A.

Alberto de Ezkura

Por Poder

283562