

414239



414239

P.- 54.190

HB 494

Spa/ih

| | |
|-----------|--------------|
| Int. Cl.: | C22C // B22F |
|-----------|--------------|

MEMORIA DESCRIPTIVA

φ. e. 24-4-75

para solicitar PATENDE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

A nombre de HOGANÄS AB

entidad sueca

establecida en Hôganäs, Suecia

por: "METODO PARA LA PRODUCCION DE POLVO DE ACERO QUE
CONTIENE FOSFORO"

(Clase Internacional C22c, B22f)

414239



5 La presente invención está relacionada con composiciones de polvo de acero que contienen fósforo, las cuales además de hierro y fósforo pueden contener uno u otros varios constituyentes de aleación, aleados o mezclados con polvo de hierro, hasta una concentración total del 10%.

10 Los polvos de acero que contienen fósforo han sido conocidos por lo menos desde 1940 por medio de, por ejemplo, la patente de los Estados Unidos 2.226.520, pero no han sido usados extensivamente a pesar de las excelentes propiedades mecánicas de los componentes sin
15 terizados hechos hechos con estos polvos. La razón de ésto debe atribuirse a los fenómenos relacionados con el proceso de fabricación, prensado y sinterizado del polvo.

20 Lo que se pide de los polvos para el objeto en cuestión es sobre todo que deben tener una elevada compresibilidad y que deben producir un desgaste del utillaje mínimo durante la densificación. Una elevada compresibilidad significa que el polvo, cuando es sometido a una presión relativamente moderada, alcanza una densidad tal elevada, que el subsiguiente sinterizado dá por resultado componentes de una resistencia satisfactoria. Esto debe hacerse sin grandes cambios dimensionales durante el sinterizado (crecimiento o contrac-
25

414239



ción) ya que en todo caso se puede perder la mayor ventaja de la metalurgia del polvo ferroso, o sea la posibilidad de producir componentes de precisión con tolerancias finales, sin operaciones de mecanizado.

5 Estos requerimientos hacen difícil el uso del polvo obtenido por la atomización de acero fundido con el contenido final de fósforo deseado debido a que dichos polvos tienen una compresibilidad demasiado baja. Una consecuencia de la baja compresibilidad es que
10 con el fin de obtener componentes con la elevada resistencia deseada, es necesario llevar a cabo la operación de sinterización a unas temperaturas tan elevadas, que la contracción se hace intolerablemente grande.

15 La patente americana antes mencionada elude el problema de la compresibilidad sugiriendo el uso de polvo ferrofosforoso finamente triturado con un elevado porcentaje de fósforo mezclado con polvo de acero de buena compresibilidad. Sin embargo, el uso de dichas mezclas de polvo de acero ferrofosforosas tiene otro serio inconveniente, o sea el excesivo desgaste del util
20 je durante la densificación.

25 Los inventores se han planteado el problema de encontrar una composición rica en fósforo, que fuera lo suficientemente frágil para que pudiera ser triturado hasta un polvo fino y al mismo tiempo producir un desgas

414239



te mínimo del utillaje durante la densificación. Han encontrado que la solución a este problema es usar una aleación de hierro - fósforo con una composición correspondiente al compuesto $Fe_3 P$, es decir, que contiene el 15,6% de fósforo.

5

De acuerdo con la invención, el polvo de acero que contiene fósforo para ser usado para la producción de componentes de máquina de precisión sin un desgaste excesivo del utillaje durante la densificación, está caracterizado por consistir en un polvo de acero esencialmente libre de fósforo con buena compresibilidad y con un tamaño máximo de partículas de 100 - 500 μ , e íntimamente mezclado con el mismo un polvo de aleación de hierro - fósforo con un tamaño máximo de partículas de 75 μ todo lo más, preferiblemente 45 μ todo lo más, y con un contenido de fósforo comprendido entre el 13 y el 17 por ciento, apropiadamente entre el 14 y el 16 por ciento, es decir, preferiblemente la composición aproximada $Fe_3 P$ que contiene el 15,6% de P y además de esto, si es necesario, un lubricante de prensado adecuado tal como estearato de zinc en la proporción usual, ajustándose las proporciones relativas del polvo de la aleación de hierro - fósforo y del polvo de acero de tal manera que el contenido de fósforo de la mezcla está comprendido entre el 0,2 y el 3 por ciento, preferiblemente

10

15

20

25

18.6.73

414239



entre el 0,3 y el 1,5 por ciento. Los porcentajes anteriores están en tantoá por ciento del peso.

5 Es desde luego de gran importancia que los constituyentes del polvo antes descrito no se segreguen después de la operación de mezclado. La segregación es posible durante el transporte del polvo desde el mezclador al lugar donde es usado y durante el suministro a la prensa densificadora del polvo. Una forma de disminuir el riesgo de segregación es añadir de 50 a 200 gramos
10 de aceite mineral fluido por tonelada métrica de polvo continuamente durante el llenado del mezclador. Esto produce una unión de las partículas finas (en este caso las partículas de aleación hierro - fósforo) a las partículas de acero más gruesas.

15 Otra mejora a este respecto se obtiene si la mezcla de polvo es expuesta a un tratamiento térmico de 650° a 900° entre 15 minutos y 2 horas en una atmósfera reductora y a continuación la torta ligeramente sinterizada formada durante el tratamiento térmico es roto por medio de una trituración suave. Las pequeñas partículas de aleación de hierro - fósforo que antes de este tratamiento estaban unidas sueltas a las partículas de acero están ahora sólidamente unidas a éstas, lo que
20 efectivamente impide la segregación, sin afectar a la compresibilidad en un grado apreciable.
25

414239



A continuación se exponen algunos ejemplos de polvo de acero que contiene fósforo y de métodos para su producción, así como la resistencia a la tracción y otras propiedades obtenidas con componentes sinterizados hechos con este polvo.

5

Ejemplo 1

Se prepararon tres mezclas de polvo A, B y C. El polvo de hierro esponjoso con un tamaño máximo de partículas de 147μ fué usado para todas estas mezclas. Las mezclas consistían en los siguientes componentes:

10

mezcla A: 97,4% de polvo de hierro esponjoso.
1,8% de polvo de aleación de hierro-fósforo con un contenido de fósforo del 25% y un tamaño máximo de partículas de 44μ .
0,8% de polvo de estearato de zinc.

15

mezcla B: 96,2% de polvo de hierro esponjoso.
3,0% de polvo de aleación de hierro-fósforo con un contenido de fósforo del 15% y un tamaño máximo de partículas de 44μ .
0,8% de polvo de estearato de zinc.

20

mezcla C: 99,2% de polvo de hierro esponjoso.
0,8% de polvo de estearato de zinc.

25

19.6.73

414239



Las mezclas A y B contenían por lo tanto al 0,45% de P, mientras que la mezcla C estaba libre de fósforo.

5 Fueron prensados compactos cilíndricos con una altura de 8 milímetros, un diámetro de 8 milímetros y una densidad de $6,75\text{g/cm}^3$. El prensado fué efectuado en una prensa automática a un régimen de 35 piezas por minuto. La matriz estaba hecha de acero de alta velocidad que había sido endurecido a una dureza Rockwell C de 63. El desgaste de la matriz fué determinado midien-
10 do el diámetro de los compactos a intervalos regulares. Se vió que el diámetro aumentó en $0,6\mu$ por 10.000 piezas cuando se utilizó la mezcla A, mientras que la mezcla B que había sido hecha de acuerdo con la invención
15 dió un aumento de $0,3\mu$ por 10.000 piezas. El polvo de hierro esponjoso puro C dió un aumento de $0,25\mu$ para el mismo número de piezas. Por lo tanto la mezcla B desgastó la matriz insignifican-
20 temente más que el polvo de hierro esponjoso puro (C), mientras que el desgaste de la matriz era el doble con la mezcla A.

 Las tres mezclas de polvo fueron densificadas en probetas de tracción en una matriz especial para este objeto, usando una presión de densificación de 400MN/m^2 . La densidad en el estado natural (no sinterizado)
25 era aproximadamente de $6,5\text{g./cm}^3$ en todos los casos, lo

414239



que muestra que la adición de la aleación de hierro - fósforo no disminuyó la compresibilidad de las mezclas. Las probetas de tracción fueron sinterizadas a una temperatura de 1.120° C durante una hora en una atmósfera de amoníaco disociado. Cuando se enfriaron a la temperatura ambiente se comprobaron su densidad, cambios dimensionales durante la sintetización, resistencia a la tracción y alargamiento. Los resultados se dan en la tabla siguiente.

10

| | MEZCLA | | |
|--|--------|-------|-------|
| | A | B | C |
| Densidad, g/cm ³ | 6,60 | 6,60 | 6,55 |
| Cambio dimensional, % | -0,45 | -0,45 | -0,20 |
| Resistencia a la tracción, MN/m ² | 280 | 290 | 180 |
| Alargamiento, % | 7 | 8 | 7 |

15

20

Ejemplo 2

Se prepararon tres mezclas de polvo D, E y F con composiciones de acuerdo con la tabla que figura a continuación.

Mezcla D: 96,9% de polvo de acero atomizado consistente en el 0,5% de Mo, el 2%

25

20.6.73

414239



de Ni, el resto de Fe, y los elementos accesorios que normalmente aparecen en el acero, con un tamaño máximo de partículas de 177μ ,

5 2,1% de polvo de aleación de hierro -
 - fósforo con un contenido de fósforo del 14% y con un tamaño de partículas de 30μ ,

 1,0% de polvo de estearato de zinc.

10 0,010% de aceite mineral fluido.

 Mezcla E: 96,3% de polvo de acero atomizado consistente en el 0,5% de Mo, el 2% de Ni, el resto de Fe, y los elementos accesorios que normalmente aparecen en el acero, con un tamaño máximo de partículas de 177μ ,

15 2,1% de polvo de aleación de hierro -
 - fósforo con un contenido de fósforo del 14% y con un tamaño máximo de partículas de 30μ ,

20 0,6% de polvo de grafito con un tamaño promedio de partículas de 4μ ,

 1,0% de polvo de estearato de zinc.

 0,010% de aceite mineral fluido.

25 Mezcla F: 96,3% de polvo de hierro puro atomizado,

20.6.73

414239



con un tamaño máximo de partículas de 177μ .

2,1% de polvo de aleación de hierro -
- fósforo con un contenido de fósforo del 14% y con un tamaño máximo de partículas de 30μ

0,6% de polvo de grafito con un tamaño promedio de partículas de 4μ ,

1,0% de estearato de zinc.

10 Se hicieron probetas de tracción prensando las mezclas en una matriz adecuada a una presión de densificación de 600 MN/m^2 . Las probetas fueron asinterizadas a continuación a 1150°C durante 30 minutos en una atmósfera de propano parcialmente quemado con un potencial de carbono a la temperatura de sinterización del 0,5%. Se obtuvieron los siguientes resultados:

| | | MEZCLA | | |
|----|---|--------|-------|-------|
| | | D | E | F |
| 20 | Densidad, g/cm^3 | 6,92 | 6,80 | 6,95 |
| | Cambio dimensional, % | -0,32 | +0,05 | +0,10 |
| | Resistencia a la tracción, MN/m^2 | 400 | 480 | 430 |
| | Alargamiento, % | 7 | 4 | 4 |
| 25 | Contenido de Carbono después de la sinterización, % | 0,2 | 0,5 | 0,5 |

414239



Los resultados muestran por una parte que es posible mejorar la resistencia del material reemplazando el polvo de hierro por polvo de acero previamente aleado en mezclas de acuerdo con la invención y por otra parte que una adición de grafito también aumenta la resistencia del material sinterizado. El grafito también elimina el algunas veces perjudicial efecto del fósforo.

2 KG. de cada una de las mezclas E y F fueron echadas en un embudo y después se dejó que el polvo corriera libremente. La última décima parte de cada mezcla que salió fué recogida y analizado su contenido de fósforo. La muestra de la mezcla E contenía el 0,35% de P y de la mezcla F el 0,57 % de P. Como la mezcla E contenía aceite, pero no la mezcla F, puede llegarse a la conclusión que el riesgo de segregación puede ser disminuído por la adición de aceite. El contenido medio de fósforo de cada una de las mezclas D a F era del 0,30%.

Ejemplo 3

Fuó preparada una mezcla G consistente en el 94,6% de polvo de hierro esponjoso, el 2% de polvo de cobre, el 2,7% de polvo de aleación de hierro - fósforo con un contenido de fósforo del 16,5%, el 0,7% de

414239



5 estearato de zinc y el 0,008% de aceite mineral fluido, y fué densificada en probetas de tracción usando una presión de densificación de 400 MN/m², después de lo cual las probetas fueron sinterizadas a 1120° C durante una hora en una atmósfera de amoníaco disociado. Las propiedades de las probetas fueron medidas, y se obtuvieron los siguientes datos:

| | <u>Mezcla G</u> |
|--|-----------------|
| Densidad, g/cm ³ | 6,52 |
| 10 Cambio dimensional, % | -0,10 |
| Resistencia a la tracción, MN/m ³ | 350 |
| Alargamiento, % | 5 |

15 Una comparación de los datos de las mezclas A y B en el Ejemplo 1 con los de la mezcla G muestra que la resistencia del material puede ser aumentada añadiendo cobre. Además, el efecto de contracción del fósforo es disminuído.

Ejemplo 4

20

25

Se preparó una mezcla H de la manera siguiente. 20 Kg. de polvo de aleación de hierro - fósforo con un contenido de fósforo del 15% y con un tamaño máximo de partículas de 45 μ se mezclaron primero con 80 Kg. de polvo de hierro esponjoso con un tamaño máximo de partículas de 149 μ y 15 g. de un aceite mineral flui-



414239

do. Esta mezcla fué calentada a 850° C durante 30 minutos en una atmósfera de amoniaco disociado. Como resultado del tratamiento térmico se formó una torta sinterizada y ésta se trituroó hasta un polvo con un tamaño máximo de partículas de 177 μ . Este polvo consistía principalmente en partículas de aleación de hierro - fósforo. Este polvo fué mezclado con 900 Kg. de polvo de hierro esponjoso y 8 Kg. de polvo de estearato de zinc. 2 Kg. de la mezcla así obtenida se echaron en un embudo y se permitió que corriera libremente. Se recogió la última décima parte del material y se analizó su contenido en fósforo. Se obtuvo un valor del 0,31% de P. El contenido medio de fósforo de la mezcla era de 0,30%. Este resultado muestra que el riesgo de segregación ha sido eliminado casi completamente.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Suecia, el día 2 de Mayo de 1972, bajo el número 5754/72, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que

20.6.73

- 13 -

Key

13



414239

se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5 1ª.- Método para la producción de polvo de
acero que contiene fósforo para ser usado para la pro-
ducción de componentes de precisión sinterizados con
un bajo desgaste del utillaje durante la fase de densi-
ficación, que comprende mezclar un polvo de acero esen-
cialmente libre de fósforo con un polvo de aleación de
10 hierro - fósforo que tiene un tamaño de partículas tal,
que todo el polvo pasa por un tamiz con una abertura de
75 μ como máximo, preferiblemente 45 μ como máximo, y
que tiene un contenido de fósforo de entre el 12 y el 17%,
apropiadamente entre el 14 y el 16% por peso, (es decir,
15 correspondiendo preferiblemente a la composición $Fe_3 P$,
siendo ajustadas de tal modo las proporciones relativas
de polvo de aleación de hierro - fósforo y de polvo de
acero, que el contenido de fósforo de la mezcla está en-
tre el 0,2 y el 3% por peso, preferiblemente entre el
20 0,3 y el 1,5% por peso.

2ª.- Un método de acuerdo con la reivindi-
cación 1ª, que comprende añadir hasta 1,5% por peso co-
mo máximo de un polvo lubricante sólido, tal como pol-
vo de estearato de zinc.

25 3ª.- Un método de acuerdo con cualquiera

20.6.73

Rey

414239



de las reivindicaciones 1ª o 2ª, que comprende añadir de 0,005 al 0,02% por peso de un aceite mineral fluido para evitar la segregación.

5 4ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª o 2ª, que comprende unir las partículas de aleación de hierro - fósforo a las partículas de polvo de acero por sinterización, para evitar la segregación.

10 5ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque el polvo de aleación de hierro - fósforo es primero mezclado con una parte del polvo de acero, posiblemente junto con el 0,005 al 0,02% por peso de un aceite mineral fluido, resultando un concentrado que es sinterizado, triturado, y a continuación
15 mezclado con el resto del polvo de acero, posiblemente junto con un polvo lubricante sólido.

6ª.- Método para la producción de polvo de acero que contiene fósforo.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Rey

414239



Esta Memoria consta de dieciséis hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

20.6.73

JGA.

- 16 -