



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	AI
	21	463.769	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		2-11-1977	

PATENTE DE INVENCION

60	PRIORIDADES:	62	FECHA	63	PAIS
	61) NUMERO				
	76/12217-5		3-11-1976		Suecia

67	FECHA DE PUBLICIDAD	61	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C22c		

64	TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE POLVO A BASE DE HIERRO"	

71	SOLICITANTE (S)
HOGANAS AB	
(729 E/LL/aml)	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
Fack, S-263 01 Höganäs, Suecia	

72	INVENTOR (ES)
Gösta Theodor Gustavsson, Axel Sten-Åke Kvist, Per Folke Lindskog y Lars-Erik Svensson	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ	
(P.-67.378)	

1 La presente invención se refiere a un método de
fabricación de polvo de acero para utilización en la fabri-
cación de componentes de precisión por medio de pulvimeta-
lurgia. El polvo fabricado de acuerdo con la invención hace
5 que sea posible simplificar la fabricación de tales compo-
nentes de precisión que tienen grandes demandas en cuanto
a exactitud dimensional así como a la resistencia mecánica.

 La fabricación pulvimetalúrgica se caracteriza por
la producción en grandes series de componentes que tienen
10 una exactitud dimensional satisfactoria. La secuencia de fa-
bricación se inicia mezclando polvo de hierro con un lubri-
cante a fin de simplificar la operación de compresión si-
guiente en la que la mezcla de polvo de hierro se comprime
a una pieza comprimida cruda que corresponde estrechamente
15 a la forma deseada del componente final. La pieza comprimi-
da cruda se calienta después a una temperatura a la que el
componente, por medio de sinterización, se provee de sus
características finales con respecto a resistencia mecánica,
ductilidad, etc.

20 A menudo es deseable dar al componente dimensio-
nes más exactas que las obtenidas por medio del procedimien-
to anterior. Esto se consigue por medio de una operación de
compresión ulterior, una calibración, en la que el componen-
te adquiere dimensiones extremadamente exactas.

25 Con objeto de conferir a los componentes fabrica-
dos por medio de pulvimetalurgia la alta resistencia mecáni-
ca que es requerida a menudo, se utiliza polvo de aleación
como material de partida. En la actualidad se utilizan sustan-
cialmente dos tipos de tales polvos de aleación, a saber
30 mezclas de polvo y los denominados polvos atomizados.

1 Las mezclas de polvo se preparan mezclando con
el polvo de hierro un polvo del elemento de aleación, bien
sea en la forma elemental o como un compuesto que es des-
componible durante el procedimiento de sinterización. Los
5 denominados polvos de acero atomizados se fabrican triturando
un fundido de acero que contiene los elementos de aleación
deseados hasta reducirlo a polvo.

10 Uno de los inconvenientes de las mezclas de polvo
es el riesgo de segregación, riesgo que está presente debido
al hecho de que se mezclan entre sí polvos que tienen características
diferentes, por ejemplo tamaños de partícula diferentes, sin unirse
mecánicamente. Esta segregación conduce a una composición variable
de las piezas comprimidas crudas fabricadas a partir de las mezclas
de polvo, lo que conduce a su vez a cambios dimensionales variables
15 durante la sinterización de las mismas. Otro inconveniente de las
mezclas de polvo es su tendencia a desprender polvo fino
especialmente cuando el elemento de aleación está presente
en forma de partículas muy pequeñas. Por supuesto, este hecho
20 puede conducir a difíciles problemas ambientales.

Por el contrario, el polvo atomizado carece completamente
del riesgo de segregación, dado que cada partícula de polvo
tiene la composición de aleación deseada. Asimismo, el riesgo
del desprendimiento de polvo fino se reduce, dado que no se
25 incluye ningún elemento de aleación que tenga un tamaño de
partícula pequeño. Por el contrario, el polvo atomizado prealeado
tiene otro gran inconveniente, a saber, la baja compresibilidad
del mismo, que depende del efecto de recocido en disolvente que
los elementos de aleación producen sobre todas y cada una de las
30 partículas del polvo. Es

1 esencial una alta compresibilidad cuando se requiere un com
ponente que tenga alta densidad, cualidad que es requisito
previo para una resistencia mecánica elevada. Por otra parte,
la compresibilidad de una mezcla de polvo es sustancialmen-
5 te la misma que la compresibilidad del polvo de hierro in-
cluido en ella. Este hecho, junto con la flexibilidad con
relación a la composición de la aleación que caracteriza las
mezclas de polvo, han hecho que dichas mezclas de polvo sean
la forma más comúnmente utilizada de polvo de aleación.

10 La presente invención, se refiere a un polvo de
base hierro, ha combinado las buenas características de la
alta compresibilidad con el bajo riesgo de segregación y
desprendimiento de polvo fino en el mismo polvo. Adicional-
mente, se ha demostrado que este polvo confiere una estabi-
15 lidad dimensional verdaderamente extraordinaria a los com-
ponentes. De modo totalmente inesperado, se ha comprobado
que en conexión con ciertas aplicaciones ha sido posible su-
primir la operación de calibración cuando se emplea un pol-
vo de acuerdo con la invención en lugar de una mezcla hie-
20 rro-cobre.

La invención, que se caracteriza más en detalle
en las reivindicaciones siguientes, está basada sustancial-
mente en dos descubrimientos, a saber, el hecho de que es
posible adherir partículas de cobre a la superficie de las
25 partículas de hierro por difusión por medio del calentamien-
to de una mezcla de polvo de hierro y cobre (teniendo lugar
esta difusión sin cambio ulterior de las partículas de hie-
rro) y por el hecho de que una mezcla tratada de esta manera,
que en lo sucesivo se denominará polvo de hierro aleado por
30 difusión, es morfológicamente similar al polvo de hierro

1 no aleado en tal grado que una mezcla de los dos polvos no
da lugar a segregaciones. En lugar de polvo de cobre es po-
sible, por supuesto, utilizar polvo de un compuesto de cobre
fácilmente reducible, preferiblemente óxido de cobre, dado
5 que la difusión tiene lugar en atmósfera reductora.

La fabricación de polvo de hierro aleado por difu-
sión se realiza de acuerdo con la invención de la manera si-
guiente:

10 Se mezcla polvo de hierro que tiene un tamaño de
partícula menor que 350 micras, preferiblemente menor que
175 micras y preferiblemente menor que 150 micras, con un
polvo de cobre o compuestos de cobre fácilmente reducibles
que tiene un tamaño de partícula menor que 175 micras, pre-
feriblemente menor que 75 micras. La mezcla de polvos se so-
15 mete después de ello a un tratamiento térmico a 700-950°C,
preferiblemente a 750-850°C durante un período de 15 minu-
tos a 10 horas, preferiblemente 0,5-5 horas en una atmósfe-
ra reductora, sinterizándose de este modo las partículas de
cobre a las partículas de hierro sin producir una difusión
20 del cobre en tal grado que la disminución de la compresibi-
lidad conectada con la difusión sea mayor que 0,15 g/cm²
(norma ASTM B 331-64). El tratamiento térmico se realiza de
tal modo que el contenido total de oxígeno del polvo es me-
nor que 1,2%, preferiblemente menor que 0,8%. La torta así
25 producida se tritura hasta un polvo que tiene un tamaño
máximo de partícula menor que 350 micras, preferiblemente
menor que 175 micras, y lo más preferiblemente menor que 150
micras. El polvo así obtenido se denomina en lo sucesivo el
polvo de hierro aleado por difusión.

30

El polvo de hierro aleado por difusión con cobre

02127

1 se mezcla después de ello con polvo de hierro puro a fin de proporcionar una mezcla que tiene el contenido de cobre deseado. Cuando se utiliza el polvo arriba indicado en conexión con la pulvimetalurgia, resulta adecuado añadir adicionalmente al polvo de hierro 0-2%, preferiblemente 0-1%, de grafito, 0-2%, preferiblemente 0-1%, de un lubricante sólido en forma de polvo y, si se desea, separadamente o en combinación 0-5% de níquel, 0-2% de Mo y 0-1,5% de P. El contenido de cobre preferido de acuerdo con la invención en la mezcla primaria que se somete luego al recocido por difusión está comprendido entre 1 y 20%, preferiblemente entre 5 y 15%, y lo más preferiblemente entre 8 y 12%, mientras que el contenido de cobre en la mezcla final está comprendido entre 1 y 5%.

15 El polvo de hierro utilizado como el polvo básico deberá tener una gran superficie específica a fin de proporcionar una adhesión efectiva. Por esta razón, se prefiere polvo de hierro fabricado a partir de esponja de hierro, el denominado polvo esponjoso, cuando se fabrica el polvo de acuerdo con la invención.

20 La invención se ilustra en lo que sigue, y en conexión con ella, se describen experimentos que se han llevado a cabo con polvo de acuerdo con la invención, junto con los resultados sorprendentes que han dado dichos experimentos.

25 Ejemplo 1

Se preparó una mezcla designada por A, de la manera siguiente: Primeramente, 500 kg de polvo de cobre que tenía un tamaño máximo de partícula de 147 micras se mezclaron con 4500 kg de polvo de esponja de hierro que tenía

1 un tamaño máximo de partícula de 147 micras y 0,015% de
aceite mineral fluido. La compresibilidad de esta mezcla
se ensayó de acuerdo con la norma ASTM B 331-64, obtenién-
dese un valor de compresibilidad de $6,59 \text{ g/cm}^3$. La mezcla
5 se calentó a 770°C durante 75 minutos en una atmósfera de
amoníaco craqueado que tenía un punto de rocío de $+22^\circ\text{C}$. De
este modo, se formó una torta sinterizada que se molió pa-
ra dar un polvo que tenía un tamaño máximo de partícula de
147 micras. Este polvo estaba constituido sustancialmente
10 por partículas de polvo de hierro en cuyas superficies se
habían sinterizado partículas de cobre. La compresibilidad
de este polvo se ensayó de acuerdo con la norma ASTM B 331-
-64, obteniéndose un valor de $6,57 \text{ g/cm}^3$, encontrándose asi-
mismo que el contenido total de oxígeno del polvo era 0,53%,
15 mientras que se encontró que el peso específico total de
acuerdo con la norma ASTM B 212-48 era $2,43 \text{ g/cm}^3$.

300 kg del polvo preparado como se ha indicado
arriba se mezclaron con 700 kg de polvo de esponja de hie-
rro y 8 kg de polvo de estearato de zinc. La mezcla así pre-
20 parada se designa B en lo sucesivo.

Se preparó una mezcla C que comprendía los siguien-
tes componentes:

96,2% de polvo de esponja de hierro que tenía un
tamaño máximo de partícula de 147 micras; 3,0% de polvo de
25 cobre que tenía un tamaño máximo de partícula de 147 micras,
y 0,8% de polvo de estearato de zinc.

Se cargaron en una tolva 2 kg de cada una de las
mezclas B y C, y seguidamente se dejó que aquéllas fluyeran
al exterior sin obstrucción alguna. La última décima parte
30 de cada una de las mezclas se recogió y se analizó con res-

1 pecto a cobre. Se encontró que el contenido de cobre era
2,8% Cu, encontrándose que el contenido de cobre de la mez-
cla C era 0,9% Cu.

5 A partir de las dos mezclas se prensaron barras
para el ensayo de tracción a una presión de 600 MPa. Las ba-
rras del ensayo de tracción se sinterizaron a 1120°C durante
30 minutos en una atmósfera de amoníaco craqueado. Se deter-
minaron las características de las barras de ensayo, dando
los resultados siguientes:

	B	C
Densidad después de la sin- terización, g/cm ³	6,71	6,73
Cambio dimensional, %	+0,59	+0,59
Resistencia a la tracción, N/mm ²	320	298
Alargamiento a la rotura, %	5,8	6,6

15 Los resultados de los dos experimentos descritos
arriba muestran que el riesgo de separación de la mezcla
puede reducirse sustancialmente mientras que se mantienen
las características mecánicas satisfactorias del material
por utilización del polvo metálico fabricado de acuerdo con
20 la invención.

Ejemplo 2

Se prepararon dos mezclas de polvo D y E que te-
nían una composición de acuerdo con la tabla siguiente.

25 Mezcla D: 96,2% de polvo de esponja de hierro que tenía un
tamaño máximo de partícula de 147 micras;
3,0% de polvo de cobre que tenía un tamaño máximo
de partícula de 147 micras;
0,8% de estearato de zinc.

30 Mezcla E: 69,2% de polvo de esponja de hierro que tenía un

1

tamaño máximo de partícula de 147 micras;
30,0% de polvo de hierro aleado por difusión que
comprendía 10,0% de cobre y que tenía un tamaño
máximo de partícula de 147 micras;

5

0,8% de estearato de zinc.

10

Se llevó a cabo un experimento consistente en la
fabricación de componentes sinterizados en producción en
gran escala, donde cada una de las mezclas D y E se compri-
mieron y se sinterizaron de manera convencional dando un
número de 10.000 componentes. El componente en cuestión es-
taba incluido en la producción normal del fabricante, por
lo que se fabricó a partir de un material de acuerdo con la
mezcla D. Después de la sinterización se tomó muestra de un
número suficiente de componentes desde el punto de vista es-
tadístico, y se midieron los cambios dimensionales de estos
componentes. Para la mezcla D se encontró un intervalo de
cambios dimensionales comprendido entre 0,43 y 0,74%, mien-
tras que el intervalo correspondiente para la mezcla E esta-
ba comprendido entre 0,39% y 0,54%. Estos resultados se mues-
tran en el diagrama 1, en el cual se ha representado la fre-
cuencia relativa del cambio dimensional para las mezclas D
y E. Se calculó también la desviación típica del cambio di-
mensional de componentes tomados continuamente durante la
producción. El resultado presentado en el diagrama 2 muestra
que la dispersión del cambio dimensional es sustancialmente
menor para el material E que para el material D. A su vez,
este hecho significa que los requerimientos fijados para
exactitud dimensional, esto es, las tolerancias de medidas
definidas, pueden cumplirse más fácilmente cuando se utili-
za el material E. La exactitud de medida obtenida con el ma-

15

20

25

30

02127

1 terial E de acuerdo con los experimentos anteriores corres-
 5 ponde a la clase de tolerancias IT 8, mientras que los com-
 ponentes fabricados a partir del material D permitieron ob-
 tener una exactitud de medida correspondiente a la clase de
 10 tolerancia IT 10.

Adicionalmente, se tomaron al azar varios compo-
 nentes sinterizados fabricados a partir de cada uno de los
 materiales D y E. Estos componentes se analizaron con res-
 pecto al contenido de cobre. Para el material D, los conte-
 15 nidos de cobre estaban comprendidos entre 3,17% y 1,97%,
 mientras que los contenidos correspondientes para el mate-
 rial E eran 2,88% y 2,66%, esto es, que el intervalo de con-
 tenidos de cobre para el material D era 1,20% y para el ma-
 terial E 0,22%. Estas cifras se muestran en el diagrama 3.
 20 Adicionalmente, se calcularon el valor medio (\bar{x}) y la des-
 viación típica ($\pm \delta$) para los resultados del análisis así
 obtenidos. Estos valores se presentan en la tabla siguien-
 te:

	<u>Material</u>	\bar{x}	$\pm \delta$
20	D	2,62%	0,40%
	E	2,76%	0,06%

Los resultados anteriores muestran evidentemente
 que la dispersión del contenido de cobre dentro de una se-
 rie de producción es sustancialmente menor cuando los compo-
 25 nentes se han fabricado a partir del material E que cuando
 los componentes se han fabricado a partir del material D.

Ejemplo 3

Se prepararon dos mezclas de polvo F y G. La com-
 posición de las mismas aparece en la tabla siguiente:

Mezcla F: 97,2% de polvo de esponja de hierro que tenía un

1 tamaño máximo de partícula de 147 micras.
2,0% de polvo de cobre que tenía un tamaño máximo de partícula de 74 micras.

0,8% de estearato de zinc.

5 Mezcla G: 79,2% de polvo de esponja de hierro que tenía un tamaño máximo de partícula de 147 micras,
20,0% de polvo de hierro aleado por difusión que comprendía 10,0% de cobre que tenía un tamaño máximo de partícula de 147 micras

10 0,8% de estearato de zinc.

A partir de cada uno de los materiales F y G se fabricaron en escala industrial en las instalaciones de un fabricante de componente sinterizados 100000 cojinetes cilíndricos (de acuerdo con la Fig. 1) por prensado y sinterización. El componente en cuestión estaba incluido en la fabricación normal del fabricante, y se fabricó a partir de un material de acuerdo con la mezcla F. Se ensayó con respecto a estabilidad dimensional un número de componentes completos que era suficiente desde el punto de vista estadístico (de acuerdo con ISO/TC 119). Para los cojinetes cilíndricos fabricados a partir del material F, se encontró que el diámetro interior estaba comprendido entre 9,954 mm y 9,986 mm, mientras que las medidas correspondientes para los componentes fabricados a partir del material G eran 9,994 mm y 10,012 mm. Así pues, el valor de dispersión era 0,032 y 0,018 mm, respectivamente, lo cual corresponde a las clases de tolerancia IT 9 e IT 7, respectivamente, para los componentes fabricados a partir de los materiales F y G, respectivamente. En el diagrama 4, se da la frecuencia relativa de las medidas del diámetro para los componentes fabricados a par-

1 tir de los materiales F y G, respectivamente. En dicho diagrama se ha incluido también el requerimiento de tolerancia definida, que es el mismo que las medidas obtenidas después de una compresión de calibración.

5 Adicionalmente, se obtuvo una ovalización sustancialmente menor, medida como la diferencia entre las medidas máxima y mínima de los diámetros para los componentes fabricados a partir del material G. Para las piezas fabricadas a partir de este material, se encontró que la ovalización era 0,0039 mm, mientras que la misma medida para las
10 piezas fabricadas a partir del material F era 0,0139 mm. Se obtuvo el mismo efecto con relación a la conicidad de los componentes definida como la diferencia entre los diámetros extremos de los cojinetes cilíndricos. Para los componentes
15 del material F la conicidad era 0,0327 mm, y para G la conicidad era 0,0061 mm.

 El resultado total, como se deduce de los ejemplos anteriores, muestra que el polvo de hierro aleado por difusión da una exactitud al tamaño que es sustancialmente la
20 misma que la exactitud obtenida cuando los componentes se comprimen por calibración.

25

1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que 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:

10

1ª.- Un procedimiento para la fabricación de polvo de base de hierro para la fabricación por pulvimetalurgia de componentes de precisión que tienen una exactitud satisfactoria de tamaño y una alta resistencia mecánica, caracterizado por el hecho de que se prepara una mezcla de polvo de hierro que tiene un tamaño máximo de partícula que es menor que 350 micras y 1-20% de polvo de cobre o compuestos reducibles de cobre que tienen un tamaño máximo de partícula menor que 175 micras, por el hecho de que la mezcla se somete a un tratamiento de recocido en atmósfera reductora a una temperatura comprendida entre 700°C y 950°C durante un período de 15 minutos a 10 horas, preferiblemente 0,5-5 horas, por el hecho de que la torta así obtenida se muele para formar un polvo que tiene un tamaño máximo de partícula menor que 350 micras y por el hecho de que el recocido se realiza en condiciones tales con respecto a tiempo y temperatura que la compresibilidad del polvo recocido de acuerdo con la norma ASTM B 331-64 es como máximo 0,15 g/cm³ menor que la compresibilidad de la mezcla correspondiente de polvo de hierro y cobre, y por el hecho de que el contenido total de oxígeno no excede de 1,2%, y por el hecho de que el pol-

15

20

25

30

02127,

6

1 vo de hierro aleado con cobre así obtenido se mezcla con
polvo de hierro puro en una cantidad tal que la mezcla tie-
ne el contenido de cobre deseado, 0-2% de grafito, 0-2% de
un lubricante sólido en forma de polvo y, si se desea, 0-5%
5 Ni, 0-2% Mo, 0-1,5% P, separadamente o en combinación.

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindi-
cación 1ª, caracterizado por el hecho de que la mezcla de
polvo de hierro y polvo de cobre o compuestos de cobre redu-
cibles destinada al recocido por difusión tiene un conteni-
do de cobre de 5-15%.
10

3ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindi-
cación 1ª ó 2ª, caracterizado por el hecho de que el polvo
de hierro incluido en la mezcla destinada al recocido tie-
ne un tamaño máximo de partícula que es menor que 175 mi-
15 cras, preferiblemente menor que 150 micras, por el hecho de
que el polvo de cobre o de compuestos de cobre reducibles
tiene un tamaño máximo de partícula que es menor que 75 mi-
cras y por el hecho de que la torta sinterizada se muele
hasta formar un polvo que tiene un tamaño máximo de partí-
20 cula que es menor que 175 micras, preferiblemente menor que
150 micras.

4ª.- Un procedimiento para la fabricación de pol-
vo a base de hierro.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede, representado en los dibujos que se acompañan y con los
25 fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de CATORCE hojas escritas a

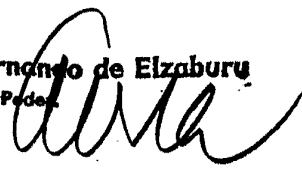
1 máquina por una sola cara.

Madrid, 10.DIC.1977

P.A.

5

Fernando de Elizaburu
Por Poder



10

15

20

25

30

02127

VAL

EXPLICACION DE LOS DIBUJOS

Fig. 2'.- Representa el Diagrama nº 1

Eje de ordenadas: Frecuencia relativa

" " abscisas: Cambio dimensional en %

La zona no rayada se refiere al material E

" " rayada " " " " D

Fig. 3 .- Representa el Diagrama nº 2

Eje de ordenadas: Desviación típica

" " abscisas: Número de componentes prensados

————— Material D

----- Material E

Fig. 4 .- Representa el Diagrama nº 3

Eje de ordenadas: Contenido de cobre

" " abscisas: Número de componentes ensayados

————— Material D

----- Material E

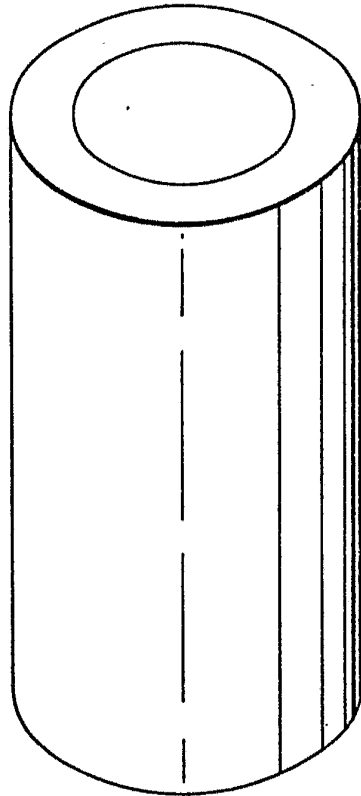
Fig. 5'.-

Eje de ordenadas: Frecuencia relativa %

" " abscisas: Diámetro interior en mm.

←————→ divergencia máxima permitida

Fig. 1.



Fernando de Elizaburu
Por Poderes

FIG 2

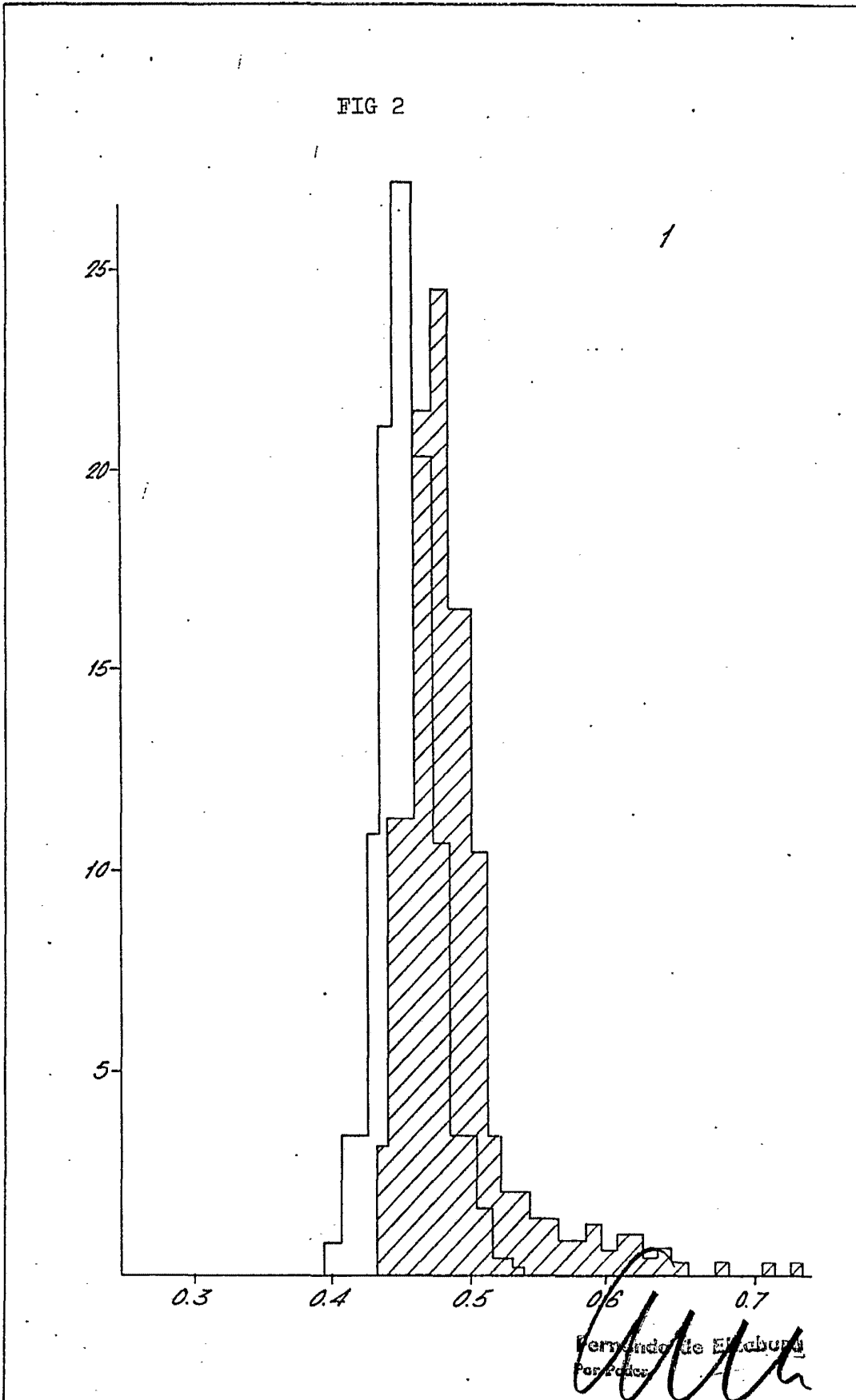
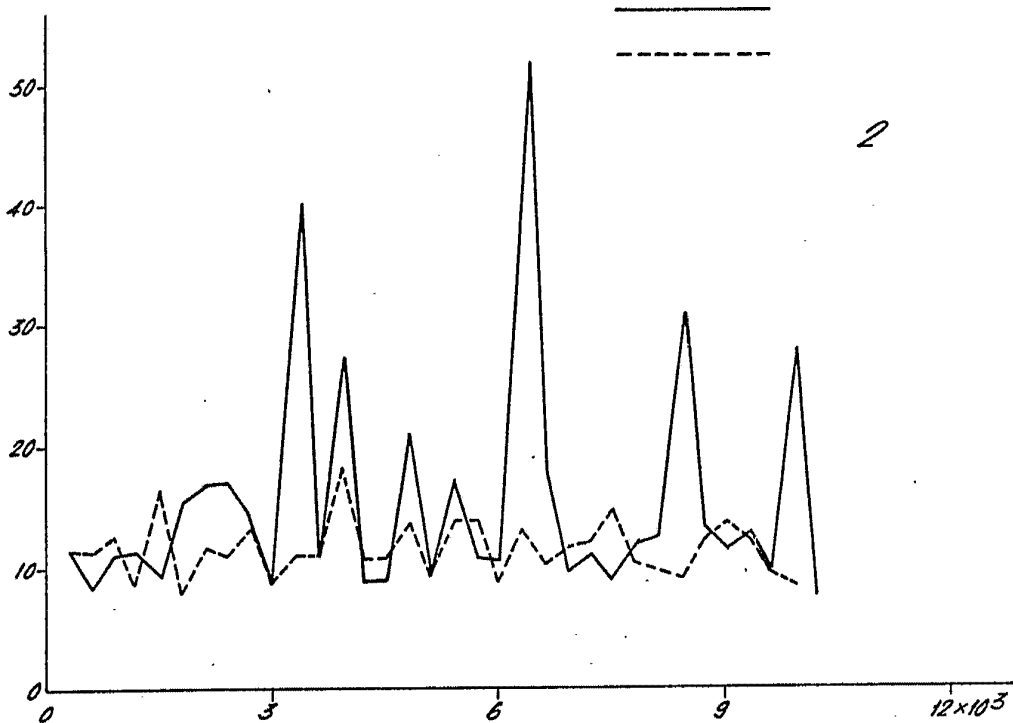


FIG 3



Fernanda de Eizaburu
Por Poder

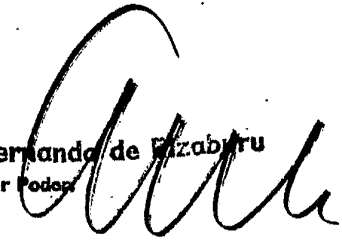
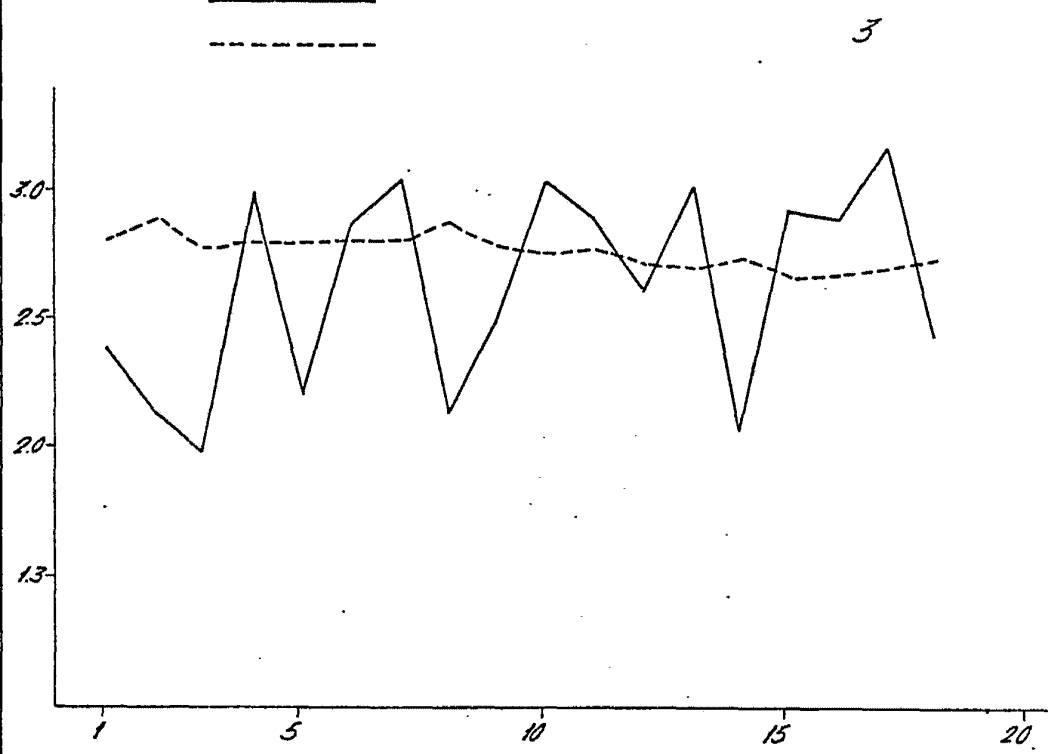
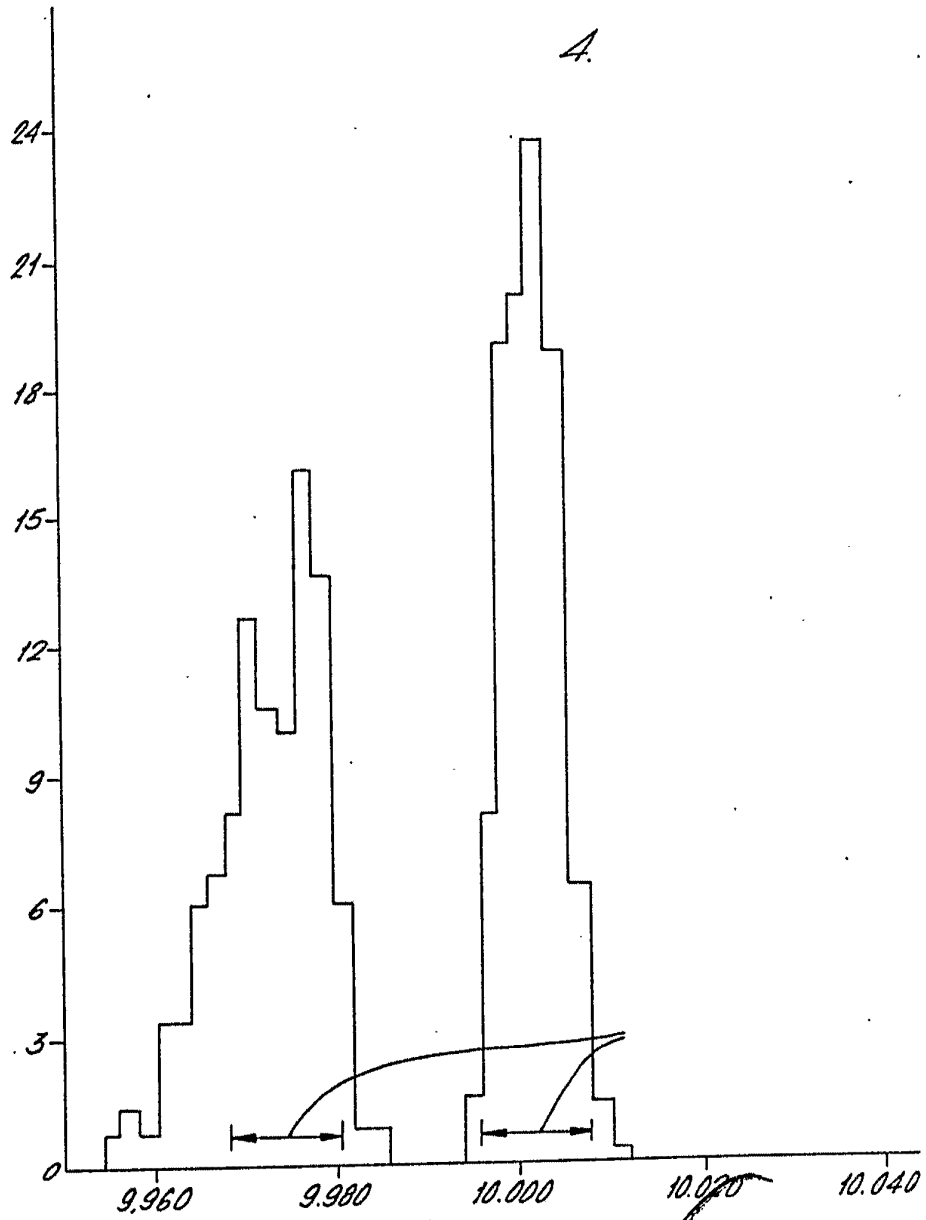


FIG 4



Fernando de Elizaburu
Per Foch.
[Handwritten Signature]

FIG 5



Fernando de Elzabury
Por Deleat