

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 444**

51 Int. Cl.:

**B22F 1/02** (2006.01)

**C22C 33/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.11.2009 PCT/SE2009/051336**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.06.2010 WO2010062250**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.11.2009 E 09829409 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017 EP 2370220**

54 Título: **Lubricante para composiciones metalúrgicas en polvo**

30 Prioridad:

**26.11.2008 SE 0802486**  
**29.12.2008 US 193823 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**28.06.2017**

73 Titular/es:

**HÖGANÄS AB (PUBL) (100.0%)**  
**263 83 Höganäs, SE**

72 Inventor/es:

**AHLIN, ÅSA;**  
**AHLQUIST, ANNA y**  
**OLSSON, KARIN**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 620 444 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Lubricante para composiciones metalúrgicas en polvo

**5 CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCIÓN**

La presente invención se refiere a una composición metalúrgica en polvo. Específicamente, la invención se refiere a una composición de metal en polvo que comprende un nuevo material compuesto lubricante en partículas. La invención se refiere además al nuevo material compuesto lubricante de partículas, así como a un método para preparar este lubricante.

**TÉCNICA ANTECEDENTE**

En la industria de la metalurgia en polvo (industria PM) se utilizan metales en polvo, generalmente a base de hierro, para la producción de componentes. El proceso de producción implica la compactación de una mezcla de metal en polvo en una matriz para formar un compacto verde, expulsando el compacto de la matriz y sinterizando el compacto verde a temperaturas y bajo condiciones tales que se produce un compacto sinterizado que tiene suficiente resistencia. Mediante el uso de la ruta de producción PM se puede evitar el mecanizado costoso y las pérdidas de material en comparación con el mecanizado convencional de componentes de metales sólidos como forma neta o componentes de forma casi neta. La ruta de producción de PM es la más adecuada para la producción de piezas pequeñas y bastante complejas, tales como engranajes.

Con el fin de facilitar la producción de partes de PM se pueden añadir lubricantes al polvo de hierro antes de la compactación. Mediante el uso de lubricantes, las fricciones internas entre las partículas de metal individuales durante la etapa de compactación se reducen. Otra razón para añadir lubricante es que la fuerza de eyección y la energía total necesaria para expulsar la parte verde de la matriz después de la compactación se reducen. Una lubricación insuficiente resultará en desgaste y rayado en la matriz durante la expulsión del compacto verde lo que conduce a la destrucción de la herramienta.

El problema con una lubricación insuficiente puede solucionarse principalmente de dos maneras, ya sea aumentando la cantidad de lubricante o seleccionando lubricantes más eficientes. Al aumentar la cantidad de lubricante, sin embargo, se produce un efecto secundario indeseado en el sentido de que la ganancia de densidad a través de una mejor lubricación se invierte por la cantidad aumentada de los lubricantes. Una mejor opción sería seleccionar lubricantes más eficientes.

La patente US 6395688 de Vidarsson describe un procedimiento para producir un material compuesto lubricante que incluye una fase metaestable de un primer lubricante elegido entre amidas o bisamidadas de ácidos grasos saturados e insaturados y un segundo lubricante elegido del grupo de bisamidadas de ácidos grasos. Mediante la fusión de los componentes y el sometimiento de la masa fundida a un enfriamiento rápido, se obtiene una fase de lubricación metaestable.

La patente US 6413919 de Vidarsson describe un procedimiento para la preparación de una combinación de lubricantes que incluye las etapas de seleccionar un primer lubricante y un segundo lubricante, mezclar los lubricantes y someter la mezcla a condiciones tales que la superficie del primer lubricante se recubre con el segundo lubricante.

La solicitud de patente japonesa 2003-338526, publicación N° 2005-105323, muestra una combinación de lubricante de un material de núcleo de un lubricante de punto de fusión bajo, que cubre su superficie con partículas de un lubricante de alto punto de fusión.

El documento WO 2007078228 describe una composición en polvo a base de hierro que contiene un lubricante que contiene un núcleo lubricante que tiene su superficie recubierta con material de carbono en partículas finas.

En el documento US 5279640 de Kuniaki se divulga una mezcla en polvo a base de hierro para metalurgia de polvos que consiste esencialmente en una mezcla fundida, como un aglutinante, que incluye aproximadamente 0,1% a aproximadamente 1,0% en peso de un polvo de al menos un compuesto orgánico seleccionado entre ácido esteárico, amida de ácido oleico y amida de ácido esteárico, y aproximadamente 0,1% a aproximadamente 1,0% en peso de un polvo de bisamida de ácido esteárico; y el resto, que es un polvo a base de hierro, a cuya superficie se adhiere aproximadamente 0,1% a aproximadamente 3,0% en peso de un polvo de aleación y/o un polvo para mejorar la maquinabilidad.

**RESUMEN DE LA INVENCIÓN**

Un objetivo de la presente invención es obtener un lubricante en partículas mejorado. Otros objetivos y ventajas de la presente invención serán evidentes a partir de lo siguiente.

De acuerdo con un aspecto de la invención, se proporciona una composición metalúrgica de polvo de hierro que comprende un polvo de hierro o a base de hierro y partículas de lubricante de material compuesto, comprendiendo dichas partículas de lubricante de material compuesto un núcleo de 10-60% en peso de al menos una amida de ácido graso primario que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y 40-90% en peso de al menos una bisamida de ácido graso, comprendiendo dichas partículas lubricantes también nanopartículas de al menos un óxido metálico adherido sobre el núcleo.

De acuerdo con otro aspecto de la invención, se proporciona una partícula de lubricante de material compuesto en partículas que comprende un núcleo de 10-60% en peso de al menos una amida de ácido graso primario que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y 40-90% en peso de al menos una bisamida de ácido graso, comprendiendo dicha partícula lubricante también nanopartículas de al menos un óxido metálico adherido sobre el núcleo.

De acuerdo con otro aspecto de la invención, se proporciona un método para producir partículas de lubricante de material compuesto, que comprende: mezclar 10-60% en peso de al menos una amida de ácido graso primario que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y 40-90% en peso de al menos una bisamida de ácido graso; fundir la mezcla; desintegrar la mezcla para formar núcleos de partículas de lubricante de material compuesto; y adherir nanopartículas de al menos un óxido metálico sobre los núcleos.

## 20 BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Figura 1 es un gráfico que muestra la densidad verde obtenida para diferentes materiales compuestos de lubricante a diferentes temperaturas de troquel de herramienta.

La Figura 2 es un gráfico que muestra la energía de inyección obtenida para diferentes materiales compuestos de lubricante a diferentes temperaturas de troquel de herramienta.

La Figura 3 es un gráfico que muestra la fuerza de pico de eyección estática para diferentes materiales compuestos de lubricante a diferentes temperaturas de troquel de herramienta.

La Figura 4 es un gráfico que muestra la resistencia verde obtenida para diferentes materiales compuestos de lubricante a diferentes temperaturas de troquel de herramienta.

La Figura 5 es un gráfico que muestra el rendimiento global de diferentes materiales compuestos de lubricante.

## 35 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

El material compuesto lubricante de acuerdo con la invención comprende al menos una amida de ácido graso primario. La amida de ácido graso primario debe contener más de 18 átomos de carbono y no más de 24, por ejemplo menos de 24 átomos de carbono. Si el número de átomos de carbono es 18 o menos, el material compuesto lubricante tiende a formar aglomerados durante el almacenamiento y la parte compactada tendrá una superficie pegajosa. La al menos una amida de ácido graso primario se puede seleccionar del grupo que consiste en amida de ácido araquídico, amida de ácido erúxico y amida de ácido behénico.

La concentración de la al menos una amida de ácido graso primario en el núcleo de la partícula de material compuesto lubricante puede ser de 5-60%, convenientemente 10-60%, preferiblemente 13%-60%, más preferiblemente 15- 60%, por peso del material compuesto lubricante, o 10-40% en peso tal como 10-30% en peso. Una concentración de amida de ácido graso primario por debajo de 10% puede deteriorar las propiedades lubricantes de los componentes del material compuesto lubricante en partículas dando como resultado rayaduras de las superficies de un componente metalúrgico en polvo compactado y de la matriz de compactación y una concentración superior al 60% dará al material compuesto lubricante una "textura" pegajosa que conduce al mal flujo de una composición metalúrgica de polvo a base de hierro que comprende las partículas de lubricante de material compuesto, así como del propio material compuesto lubricante en partículas, y a una mayor tendencia a formar aglomerados durante el almacenamiento. Una concentración de amida de ácido graso primario por encima del 60% también hará que una superficie pegajosa del componente compactado resulte en que las partículas contaminantes se adhieran a la superficie del componente compactado.

El material compuesto comprende además por lo menos una bisamida de ácido graso. La bisamida de ácido graso se puede seleccionar del grupo que consiste en metilen bisoleamida, metilen bisestearamida, etileno bisoleamida, hexilenbisestearamida y etilen bisestearamida (EBS).

La concentración de la al menos una bisamida de ácido graso en el núcleo de la partícula de material compuesto lubricante puede ser de 40-95% en peso, tal como 40-90% en peso, o 60-95% en peso, tal como 60-90% o 70-90% en peso, o 60-87%, tal como 60-85%, en peso del material compuesto lubricante.

El núcleo de la partícula de lubricante compuesta puede consistir solamente en al menos una amida de ácido graso

primario y la al menos una bisamida de ácido graso, pero alternativamente el núcleo puede incluir uno o más ingredientes además de al menos un compuesto graso primario amida de ácido y la al menos una bisamida de ácido graso.

5 El núcleo lubricante puede tener adicionalmente nanopartículas de al menos un óxido metálico adherido al mismo. El óxido metálico puede seleccionarse del grupo que consiste en  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $SnO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $CeO_2$  y óxido de titanio de indio. Las nanopartículas de al menos un óxido metálico pueden tener un tamaño de partícula primario menor que 500 nm, tal como menos de 200 nm.

10 La concentración del material compuesto lubricante de acuerdo con la invención puede estar en el intervalo de 0,01-2%, convenientemente 0,05-2%, preferiblemente 0,2-2%, más preferiblemente 0,2-1%, tal como 0,4-0,7%, en peso de la composición metalúrgica en polvo a base de hierro.

15 Las partículas de material compuesto lubricante pueden prepararse por fusión conjunta de los componentes, es decir, amida de ácido graso y bisamida de ácido graso, seguido por una etapa de desintegración, dando como resultado partículas discretas que pueden formar núcleos de las partículas de compuesto lubricante. La desintegración puede efectuarse por ejemplo mediante la atomización de una masa fundida por medio de gas o líquido o mediante micronización, es decir, molienda, de una mezcla solidificada. Las partículas de núcleo lubricante obtenidas pueden tener un tamaño medio de partícula de 1-50  $\mu m$ , preferiblemente 5-40  $\mu m$ . Después de la etapa de desintegración, las partículas de núcleo del material compuesto lubricante pueden combinarse con, por ejemplo mezclado suavemente con, nanopartículas de al menos un óxido metálico de modo que las nanopartículas se adhieran sobre los núcleos de las partículas lubricantes de material compuesto. La concentración de óxido metálico en el material compuesto lubricante puede ser 0,001-10%, preferiblemente 0,01-5%, más preferiblemente 0,01-2% en peso del material compuesto lubricante. La etapa de mezcla puede incluir el calentamiento del material compuesto lubricante hasta una temperatura por debajo del punto de fusión del componente de bajo punto de fusión. Un método alternativo para producir el material compuesto lubricante es mezclar físicamente las amidas de ácidos grasos con las bisamidas, sin calentamiento.

30 El polvo a base de hierro puede ser un polvo de hierro prealeado o un polvo de hierro que tiene los elementos de aleación unidos por difusión a las partículas de hierro. El polvo a base de hierro puede ser también una mezcla de polvo de hierro esencialmente puro o de polvo de hierro prealeado y elementos de aleación seleccionados del grupo que consiste en Ni, Cu, Cr, Mo, Mn, P, Si, V, Nb, Ti, W y grafito. El carbono en forma de grafito es un elemento de aleación utilizado en gran medida en la industria de PM para dar propiedades mecánicas suficientes a los componentes sinterizados terminados. Mediante la adición de carbono como constituyente individual a la composición en polvo a base de hierro, el contenido de carbono disuelto del polvo de hierro puede mantenerse bajo, mejorando la compresibilidad. El polvo de hierro puede ser un polvo atomizado, tal como un polvo atomizado con agua, o un polvo de hierro esponjoso. El tamaño de partícula del polvo a base de hierro se selecciona dependiendo del uso final del material. Las partículas de hierro o polvo a base de hierro tienen normalmente un tamaño medio de partículas en peso de hasta aproximadamente 500  $\mu m$  y por encima de 10  $\mu m$ , preferiblemente por encima de 30  $\mu m$ .

45 La composición metalúrgica en polvo puede comprender además uno o más aditivos seleccionados del grupo que consiste en aglutinantes, auxiliares de procesamiento, fases duras, agentes mejoradores de la maquinabilidad si existe la necesidad de mecanizar el componente sinterizado.

50 La composición metalúrgica en polvo a base de hierro comprende el hierro o el polvo a base de hierro o de y las partículas de lubricante de material compuesto. El hierro o el polvo a base de hierro puede mezclarse con las partículas de lubricante de material compuesto. Las partículas de lubricante de material compuesto pueden unirse a las partículas del hierro o del polvo a base de hierro, por ejemplo por medio de un aglutinante o sin un aglutinante adicional, pero puede preferirse no tener las partículas de lubricante de material compuesto unidas a las partículas del hierro o polvo a base de hierro, es decir, una composición no unida donde el material compuesto lubricante está en forma de partículas libres.

55 La nueva composición metalúrgica de hierro o en polvo a base de hierro puede compactarse y opcionalmente sinterizarse de acuerdo con las técnicas de PM convencionales.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la invención pero el alcance de la invención no debe limitarse a los mismos.

60 Ejemplos

Materiales

Se utilizaron los siguientes materiales:

65 Se prepararon diversos lubricantes compuestos mezclando sustancias, de acuerdo con la tabla 1 y en proporciones

según la tabla 2. Las sustancias se fundieron posteriormente y subsecuentemente se solidificaron y micronizaron hasta un tamaño medio de partícula entre 15-30 µm. Los materiales micronizados se trataron con dióxido de silicio en partículas finas a un 0,3% en peso que tenía un tamaño de partícula primario inferior a 200 nm.

5 Como materiales de referencia se utilizaron los lubricantes conocidos Kenolube® P11, disponible de Höganäs AB, y Amide Wax PM, disponible de Höganäs AB. El Kenolube® P11 es un lubricante orgánico que contiene Zn y el Amide Wax PM es un lubricante orgánico a base de etilen-bisestearamida, EBS.

10 Con el fin de medir la tendencia de los lubricantes compuestos y los lubricantes convencionales a formar aglomerados, los lubricantes se tamizaron sobre un tamiz estándar de 315 µm después de almacenamiento durante 28 días a una temperatura de 50°C y una humedad relativa del 90%. Se midió la cantidad de material retenido en el tamiz y los resultados se revelan en la Tabla 3.

Tabla 1. Sustancias utilizadas para formar lubricantes compuestos

Marca	Nombre común	No. de átomos C de la amida primaria	Saturado	Insaturado
EBS	Etilenobisestearamida	N.A.		
O	Amida de ácido oleico	18		x
A	Amida de ácido araquídico	20	x	
E	Amida de ácido erúcico	22		x
B	Amida de ácido behénico	22	x	

15

Tabla 2. Contenido de sustancias orgánicas de lubricantes compuestos

Lubricante	% en peso de EBS	% en peso de amida primaria
75/25 EBS/O	75	25
100 EBS	100	0
75/25 EBS/A	75	25
90/10 EBS/E	90	10
85/15 EBS/E	85	15
80/20 EBS/E	80	20
75/25 EBS/E	75	25
60/40 EBS/E	60	40
40/60 EBS/E	40	60
100 E	0	100
75/25 EBS/B	75	25

20

Tabla 3. Tendencia a la formación de aglomerado durante el almacenamiento.

Lubricante	Almacenamiento 0 días % en peso > 150 µm	Almacenamiento 28 días % en peso > 150 µm
75/25 EBS/O <sup>2</sup>	0	28
75/25 EBS/A	0	0,04
100 EBS <sup>2</sup>	0	0,00
90/10 EBS/E	0	0,00
85/15 EBS/E	0	0,04
80/20 EBS/E	0	0,06
75/25 EBS/E	0	0,51
60/40 EBS/E	0	0,80
40/60 EBS/E	0	2,5
100 E <sup>2</sup>	0	5,0
75/25 EBS/B	0	0,02

<sup>2</sup>Fuera del alcance de la invención

La Tabla 3 muestra que los lubricantes compuestos en partículas de acuerdo con la invención se pueden almacenar sin aglomeración. Sorprendentemente, se encontró que la aglomeración estaba afectada tanto por las concentraciones relativas de EBS como por la amida de ácidos grasos, así como por la cantidad de átomos de carbono en la amida de ácido graso.

25

Preparación de composiciones en polvo a base de hierro;

30

Como polvos de hierro o de hierro atomizados con agua, se utilizaron DistaloyAE®, Astaloy®CrM y un polvo de hierro puro atomizado con agua, ASC100.29, todos disponibles de Höganäs AB, Suecia. El Distaloy® AE consiste en un hierro puro que tiene partículas de Ni, Cu y Mo unidas a la superficie por recocido por difusión (4% en peso de Ni,

1,5% en peso de Cu y 0,5% en peso de Mo). Astaloy®CrM es un polvo prealeado atomizado con agua que contiene 3% de Cr y 0,5% de Mo.

5 Se utilizó grafito UF-4 (de Kropfmuhl AG, Alemania) como grafito añadido en la composición en polvo a base de hierro.

10 Se prepararon composiciones en polvo a base de hierro de 25 kg cada una mezclando 0,5% en peso de los diferentes lubricantes compuestos en partículas anteriores, o 0,5% en peso de los materiales de referencia, con 0,2% en peso de grafito y 99,3% en peso de Distaloy®AE. Estas composiciones se utilizaron para producir muestras cilíndricas utilizadas para evaluar las propiedades lubricantes y las densidades verdes obtenidas.

15 Para la preparación de composiciones en polvo a base de hierro destinadas a ser compactadas en barras de resistencia en verde, y para ser probadas con respecto a las propiedades del polvo, se mezclaron 0,8% en peso de lubricantes y 0,5% de grafito con 98,7% de ASC100.29.

Las propiedades en polvo, tales como el flujo Hall y la densidad aparente, se midieron según las normas SS-EN 23923-1 y SS-EN 23923-2 para todas las composiciones y los resultados se describen en la Tabla 4.

20 Para probar la altura máxima que va a ser compactada sin rayaduras, se prepararon mezclas basadas en Astaloy® CRm, 0,5% de grafito y 0,6% de lubricantes.

Tabla 4. Composiciones en polvo a base de hierro y flujo y AD de las mismas

Lubricante (%)	Lub. % en peso	Grafito % en peso	Distaloy®AE % en peso	Flujo seg/50g	AD
75/25 EBS/O <sup>2</sup>	0,5	0,2	99,3	33	2,97
75/25 EBS/A	0,5	0,2	99,3	29	3,02
100 EBS2	0,5	0,2	99,3	34	3,02
90/10 EBS/E	0,5	0,2	99,3	34	3,02
85/15 EBS/E	0,5	0,2	99,3	29	3,08
80/20 EBS/E	0,5	0,2	99,3	30	3,08
75/25 EBS/E	0,5	0,2	99,3	30	3,07
60/40 EBS/E	0,5	0,2	99,3	31	3,05
40/60 EBS/E	0,5	0,2	99,3	No hay flujo	2,98
100 E <sup>2</sup>	0,5	0,2	99,3	No hay flujo	2,98
75/25 EBS/B	0,5	0,2	99,3	30	3,07
Amide Wax PM <sup>1</sup>	0,5	0,2	99,3	35	3,02
Kenloubé® <sup>1</sup>	0,5	0,2	99,3	29	3,15

<sup>1</sup>Muestras de referencia  
<sup>2</sup>Fuera del alcance de la invención

25 La Tabla 4 muestra que se pueden obtener valores de flujo excelentes y una AD alta usando el lubricante según la invención. Los valores de estos parámetros se vieron afectados tanto por las concentraciones relativas de EBS como por la amida de ácidos grasos, así como por la cantidad de átomos de carbono en la amida de ácido graso. La mezcla que contiene una amida de ácido graso que tiene 18 o menos átomos de carbono mostró valores de flujo malo (alto) y AD bajo, lo mismo puede verse también para bisamida de ácido graso al 100% y amida de ácido graso primario al 100%.

30 Compactación

35 Las composiciones en polvo a base de hierro basadas en Distaloy® AE se transfirieron a una matriz de compactación y se compactaron a 800 MPa a diversas temperaturas de la matriz, en cilindros que tenían un diámetro de 25 mm y una altura de 20 mm.

Durante la eyección, se midieron las energías de eyección y las fuerzas de pico de eyección necesarias para expulsar los cilindros de la matriz.

40 Las densidades de los cilindros verdes también se midieron según la norma SS-EN ISO 3927. Se evaluó visualmente la tendencia del polvo a adherirse a las superficies de los cilindros.

45 Para probar la resistencia en verde, las composiciones basadas en ASC100.29 se compactaron en barras de resistencia verdes a una presión de compactación de 600 MPa. Las resistencias en verde se midieron de acuerdo con la norma SS-EN 23995.

Las figuras 1-4 y la tabla 5 describen los resultados de las mediciones.

Tabla 5: Tendencia de adherencia después de la compactación a 800 MPa y a diferentes temperaturas

ES 2 620 444 T3

Lubricante	Temperatura de la matriz °C	Polvo pegado en la superficie
75/25 EBS/O <sup>2</sup>	60	no
"	70	sí
"	80	sí
"	90	sí
75/25 EBS/A	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	no
100 EBS <sup>2</sup>	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	no
90/10 EBS/E	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	no
85/15 EBS/E	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	no
80/20 EBS/E	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	no
75/25 EBS/E	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	sí
60/40 EBS/E	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	sí
40/60 EBS/E	60	no
"	70	no
"	80	sí
"	90	sí
100 E <sup>2</sup>	60	no
"	70	no
"	80	sí
"	90	sí
Amide wax PM <sup>1</sup>	60	no
"	70	no
"	80	no
"	90	no
Kenolube® <sup>1</sup>	60	no
"	70	sí
"	80	sí
"	90	sí

<sup>1</sup>Muestras de referencia  
<sup>2</sup>Fuera del alcance de la invención

La Tabla 5 muestra que las composiciones en polvo a base de hierro que incluyen los lubricantes compuestos en partículas de acuerdo con la invención se pueden compactar a temperatura ambiente y temperaturas elevadas hasta por lo menos e incluyendo 80°C (menos de 90°C) sin hacer polvo que se adhiera a la superficie del componente.

5 La energía de inyección medida y la fuerza de pico de eyección son menores, especialmente a temperaturas elevadas, cuando se expulsan componentes fabricados por la composición de acuerdo con la invención en comparación con composiciones de referencia y composiciones que comprenden lubricantes compuestos fuera del alcance de la presente invención, véanse figuras 2 y 3. Se puede observar la misma tendencia para la densidad verde que, sin embargo, aumenta a temperaturas elevadas, véase la Figura 1. Se registra una resistencia más alta en verde para componentes hechos de composiciones en polvo a base de hierro que incluyen el material compuesto lubricante en partículas de acuerdo con la invención comparado para referirse a las composiciones, véase la Figura

10

4.

Se investigó la altura máxima posible para compactar sin rayaduras en el componente. Se compactaron anillos que tenían un diámetro interior de 20 mm y un diámetro exterior de 40 mm, se varió la altura en el intervalo entre 25-50 mm. Antes de la compactación a 600 MPa, el troquel de herramienta se calentó a 60°C. La evaluación se inició con anillos que tenían una altura de 25 mm y se prensaron 30 partes, después se incrementó la altura en incrementos de 2,5 mm y se prensaron otras 30 partes de cada altura. Este procedimiento se repitió hasta que se alcanzó la altura en la que aparecieron rayaduras en la superficie de las piezas, lo que indicaba una lubricación insuficiente. Se determinó la altura máxima posible para compactar con superficie libre de rasguño y se presenta en la tabla 6.

10

Tabla 6: altura máxima

Lubricante (%)	Altura máxima del componente posible compacta sin rasguños (mm)
75/25 EBS/O <sup>2</sup>	42,5
75/25 EBS/A	40,0
100 EBS <sup>2</sup>	27,5
90/10 EBS/E	27,5
85/15 EBS/E	47,5
80/20 EBS/E	47,5
75/25 EBS/E	47,5
60/40 EBS/E	50,0
40/60 EBS/E	42,5
100 E <sup>2</sup>	35,0
75/25 EBS/B	47,5
Amide wax PM <sup>1</sup>	27,5
Kenolube®	42,5

<sup>1</sup>Muestras de referencia  
<sup>2</sup>Fuera del alcance de la invención

El rendimiento global de los lubricantes se evaluó asignando una marca para cada propiedad, entre 1 a 5, donde 5 era la marca más alta. La siguiente tabla 7 muestra los criterios para asignar las marcas.

15

Tabla 7: La explicación del rendimiento general de los materiales (5 excelentes, 1 no tan bueno)

Propiedad/Marca	1	2	3	4	5
Almacenamiento 28 días de lubricante % > 150 µm (%)	>14	14-7,0	6,9-1,1	1,0-0,02	< 0,02
Flujo (secg50g)	Sin flujo	40-36	35-31	30-28	<28
AD (g/cm <sup>3</sup> )	< 2,94	2,94 -2,99	3,00-3,05	3,06-3,11	> 3,12
Polvo que se adhiere a la superficie	Si				No
Fuerza verde (N/cm <sup>2</sup> )	12,0 -14,0	14,1-16,0	16,1-18,0	18,1-20,0	20,1-22,0
Densidad verde (g/cm <sup>3</sup> )	< 7,34	7,34-7,36	7,37-7,39	7,40-7,42	> 7,42
Energía de eyección (J/cm <sup>2</sup> )	50,0 -45,1	45,0-42,1	42,0-39,1	39,0-36,1	36,0-33,0
Fuerza de eyección (N/mm <sup>2</sup> )	50,0 -43,1	43,0-40,1	40,0-37,1	37,0-34,1	34,0-31,0
Altura máxima (mm)	25,0 -27,5	30,0-35,0	37,5-40,0	42,5-45,0	47,5-50,0

Tabla 8, El rendimiento general.

Lubricante (%)	Rendimiento general.
75/25 EBS/O2	52
75/25 EBS/A	83
100 EBS2	60
90/10 EBS/E	61
85/15 EBS/E	90
80/20 EBS/E	92
75/25 EBS/E	92
60/40 EBS/E	95
40/60 EBS/E	73
100 E2	65



75/25 EBS/B	86
Amide Wax PM1	59
Kenlube® <sup>1</sup>	60
<sup>1</sup> Muestras de referencia <sup>2</sup> Fuera del alcance de la invención	

5 En las Figuras 1 a 4, los resultados de muestras que incluyen lubricantes de referencia y muestras que incluyen lubricantes fuera del alcance de la invención se muestran en color gris y los resultados de muestras que incluyen lubricantes de acuerdo con la invención se muestran en negro. Para la muestra 75/25 EBS/O sólo se muestra un valor a 60°C y para Kenolube® sólo a 60 y 70°C, dado que la película lubricante a temperaturas más altas no era eficiente para permitir la expulsión de las piezas compactadas de la herramienta.

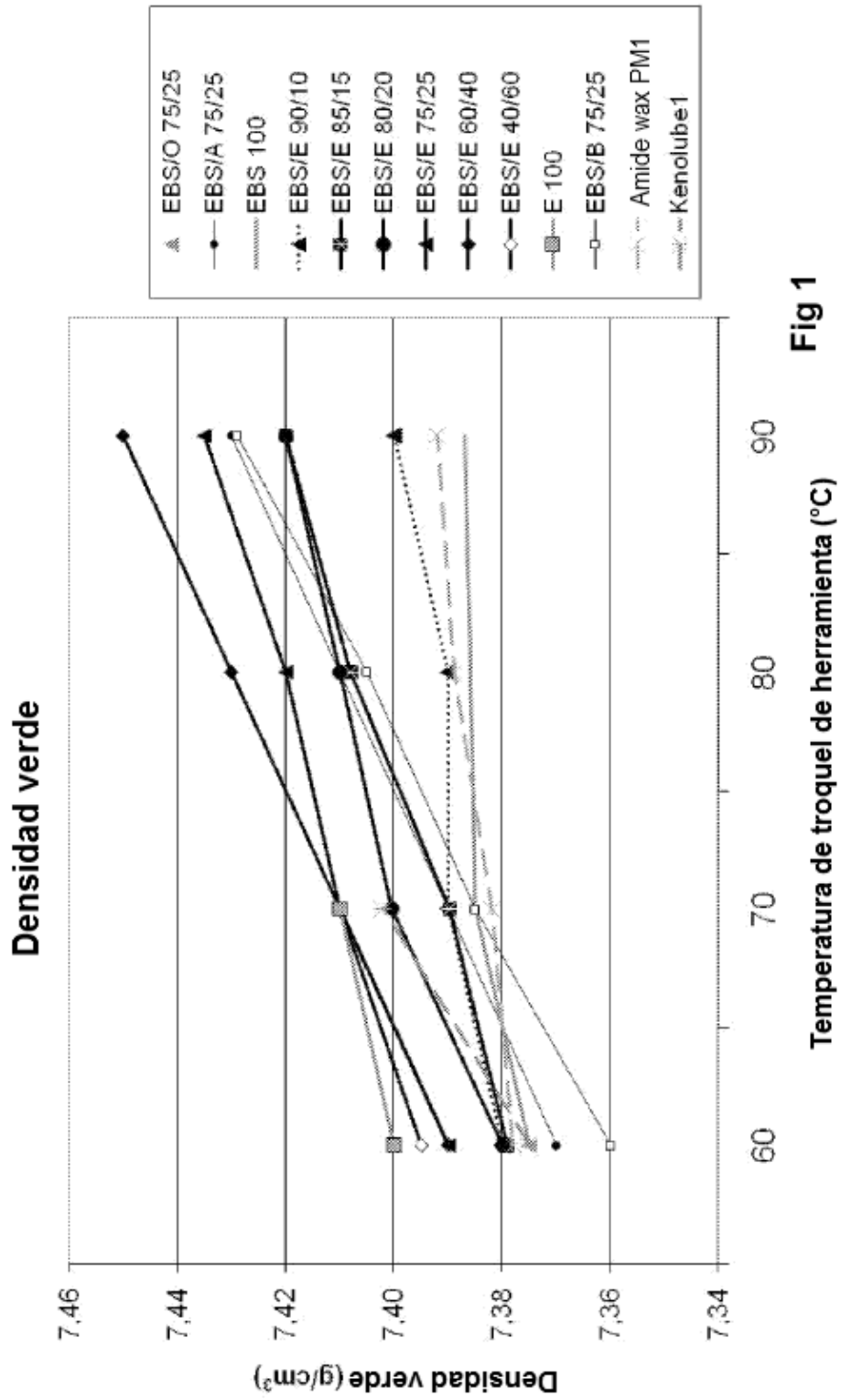
10 La fuerza de eyección medida y la fuerza de pico de eyección estática son menores, especialmente a temperaturas elevadas, cuando se expulsan componentes fabricados por la composición de acuerdo con la invención en comparación con composiciones de referencia y composiciones que comprenden lubricantes compuestos fuera del alcance de la presente invención, véase Figuras 2 y 3. Se puede observar la misma tendencia para la densidad verde que, sin embargo, aumenta a temperaturas elevadas, véase la Figura 1. Se registra una resistencia más alta en verde para componentes hechos de composiciones en polvo a base de hierro que incluyen el material compuesto lubricante en partículas de acuerdo con la invención en comparación con las composiciones de referencia, véase la  
15 Figura 4.

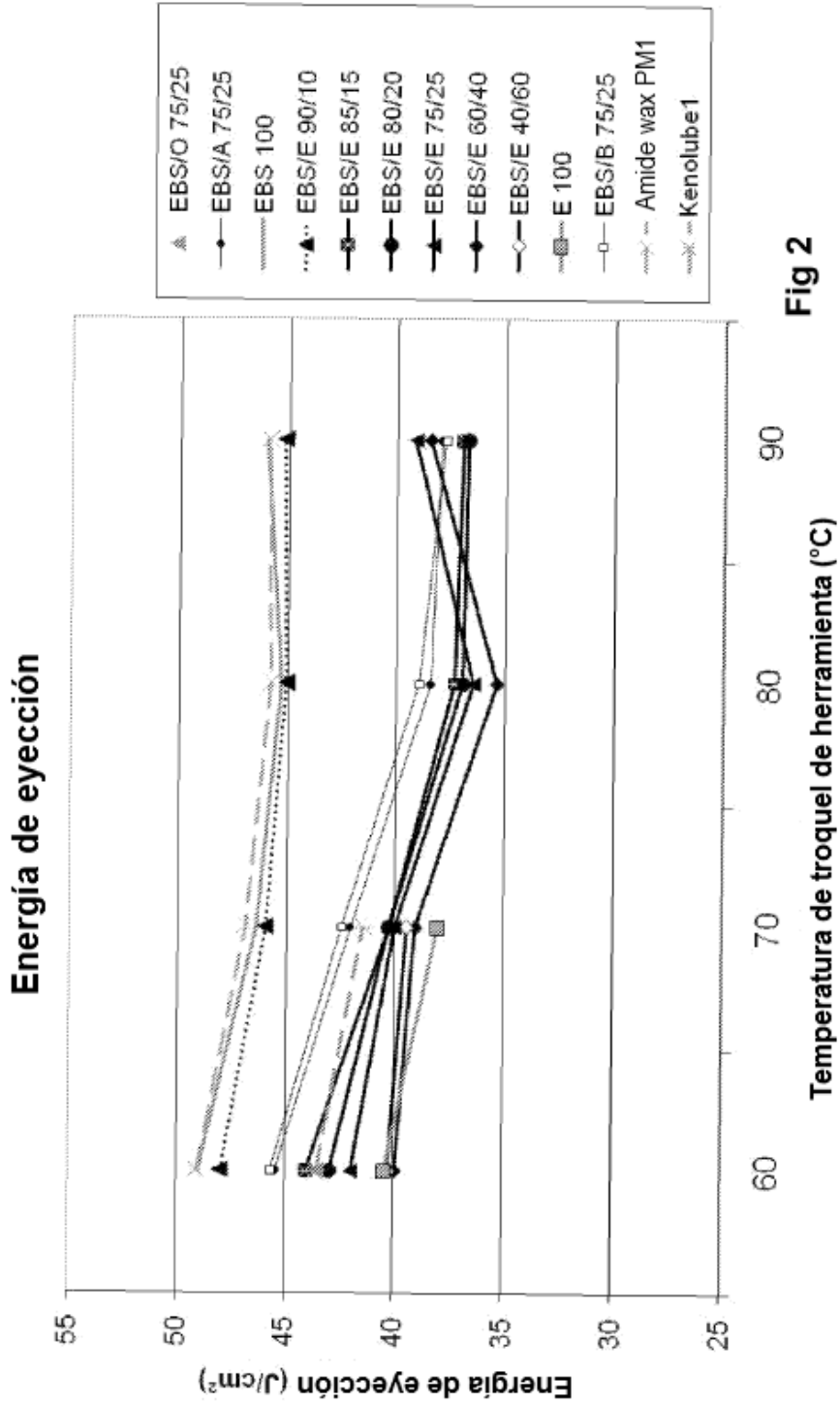
20 La Figura 5 representa las marcas de rendimiento global de la Tabla 8 para las muestras que incluyen la amida primaria, amida del ácido erúxico (E), así como la muestra con EBS al 100%, frente a la concentración de E en los núcleos de material compuesto lubricantes. Como se puede observar en la tabla, se obtienen las puntuaciones más altas cuando la concentración de la amida primaria está por encima del 10% y hasta el 60% en peso.

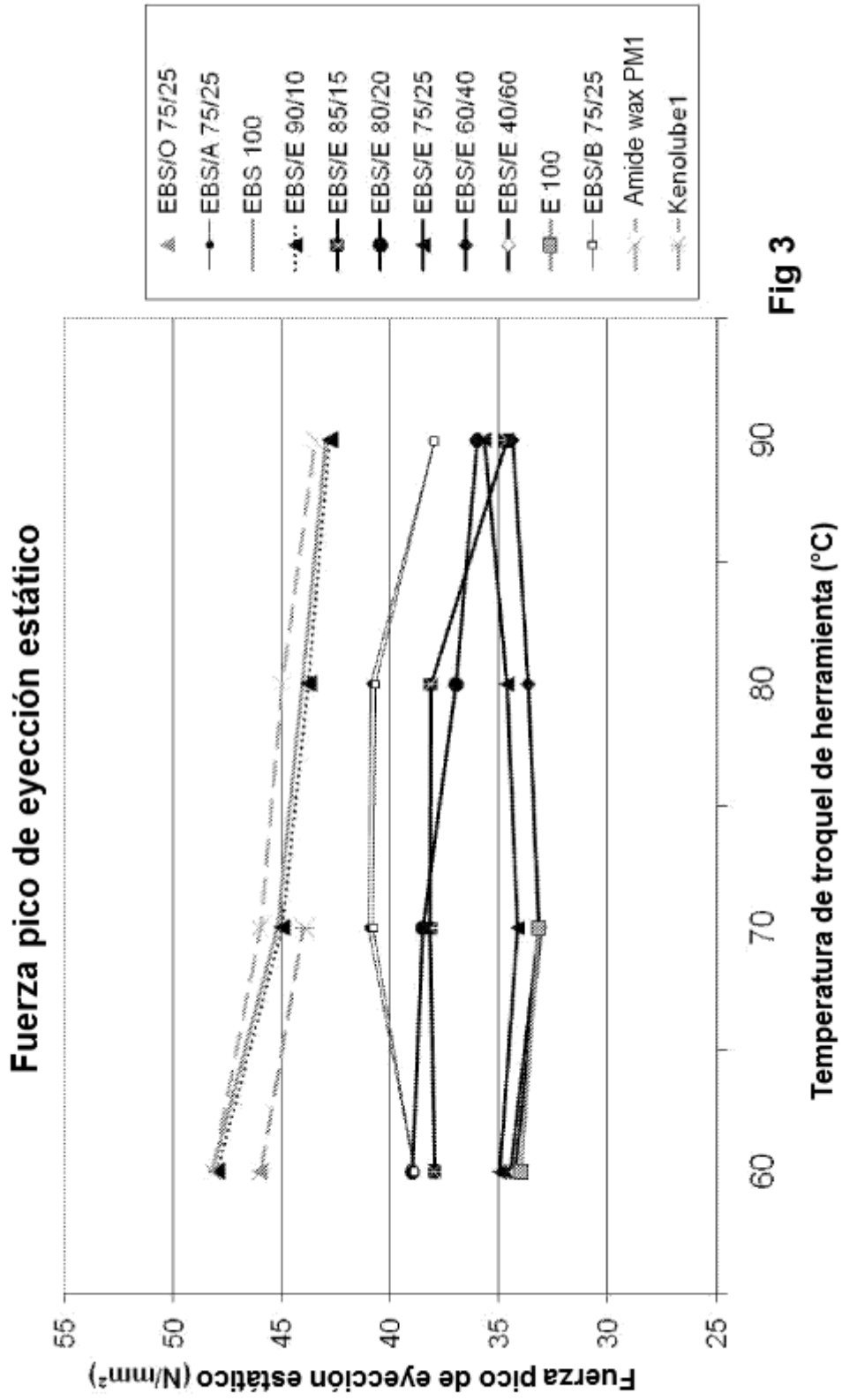
## REIVINDICACIONES

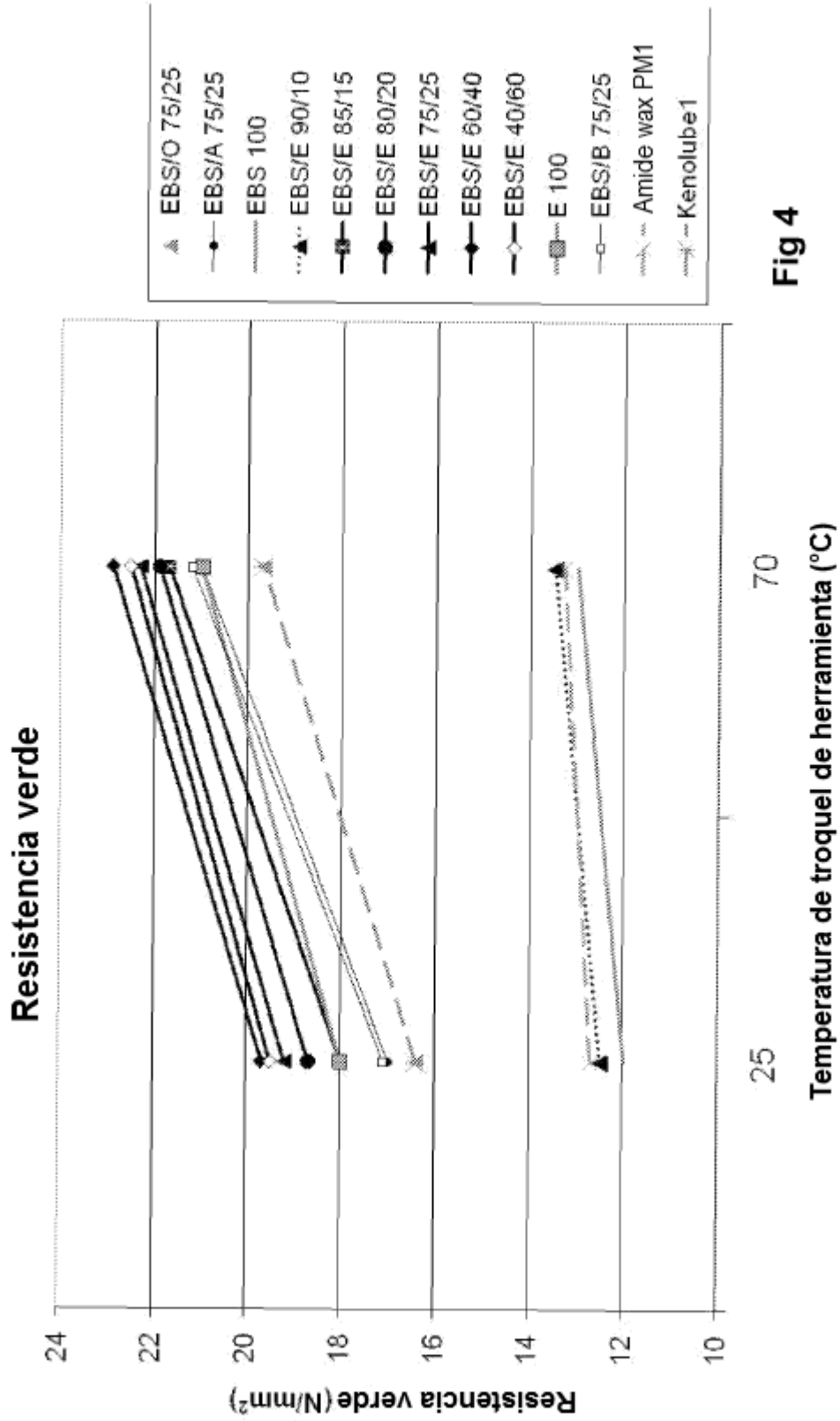
- 5 1. Composición metalúrgica en polvo a base de hierro que comprende un polvo de hierro o basado en hierro y partículas de lubricante de material compuesto, comprendiendo dichas partículas de material compuesto lubricante un núcleo de 10-60% en peso de al menos una amida de ácido graso primario que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y del 40 al 90% en peso de al menos una bisamida de ácido graso, comprendiendo dichas partículas lubricantes también nanopartículas de al menos un óxido metálico adherido sobre el núcleo.
- 10 2. Composición según la reivindicación 1, en donde el núcleo comprende 10-40% en peso de al menos una amida de ácido graso primario y 60-90% en peso de dicha al menos una bisamida de ácido graso.
- 15 3. Composición según la reivindicación 1, en donde el núcleo comprende de 10 a 30% en peso de al menos una amida de ácido graso primario y 70 a 90% en peso de la al menos una bisamida de ácido graso.
- 15 4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la al menos una bisamida de ácido graso se selecciona del grupo que consiste en metilen bisoleamida, metilbisestearamida, etilenbisolamida, hexilenbisestearamida y etilbisestearamida.
- 20 5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde las nanopartículas de al menos un óxido metálico se seleccionan del grupo que consiste en  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $SnO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $CeO_2$  y óxido de titanio de indio.
- 25 6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la concentración de óxido metálico en el material compuesto lubricante es 0,001-10%, preferiblemente 0,01-5%, más preferiblemente 0,01-2% en peso.
- 25 7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde las nanopartículas tienen un tamaño de partícula primario de menos de 500 nm, preferiblemente menos de 200 nm.
- 30 8. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en donde las partículas de material compuesto lubricante están presentes en la composición en una concentración entre 0,01-2%, preferiblemente entre 0,4-0,7%, en peso de la composición.
- 35 9. Una partícula de lubricante de material compuesto en partículas que comprende un núcleo de 10-60% en peso de al menos una amida de ácido graso primario que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y 40-90% en peso de al menos una bisamida de ácido graso, comprendiendo dicha partícula lubricante también nanopartículas de al menos un óxido metálico adherido sobre el núcleo.
- 40 10. Un método para producir partículas de material compuesto lubricante, que comprende:  
mezclar 10-60% en peso de al menos una amida de ácido graso primario que tiene más de 18 y no más de 24 átomos de carbono y 40-90% en peso de al menos una bisamida de ácido graso;  
fundir la mezcla;  
desintegrar la mezcla para formar núcleos de partículas de lubricante de material compuesto; y  
adherir nanopartículas de al menos un óxido metálico sobre los núcleos.

45









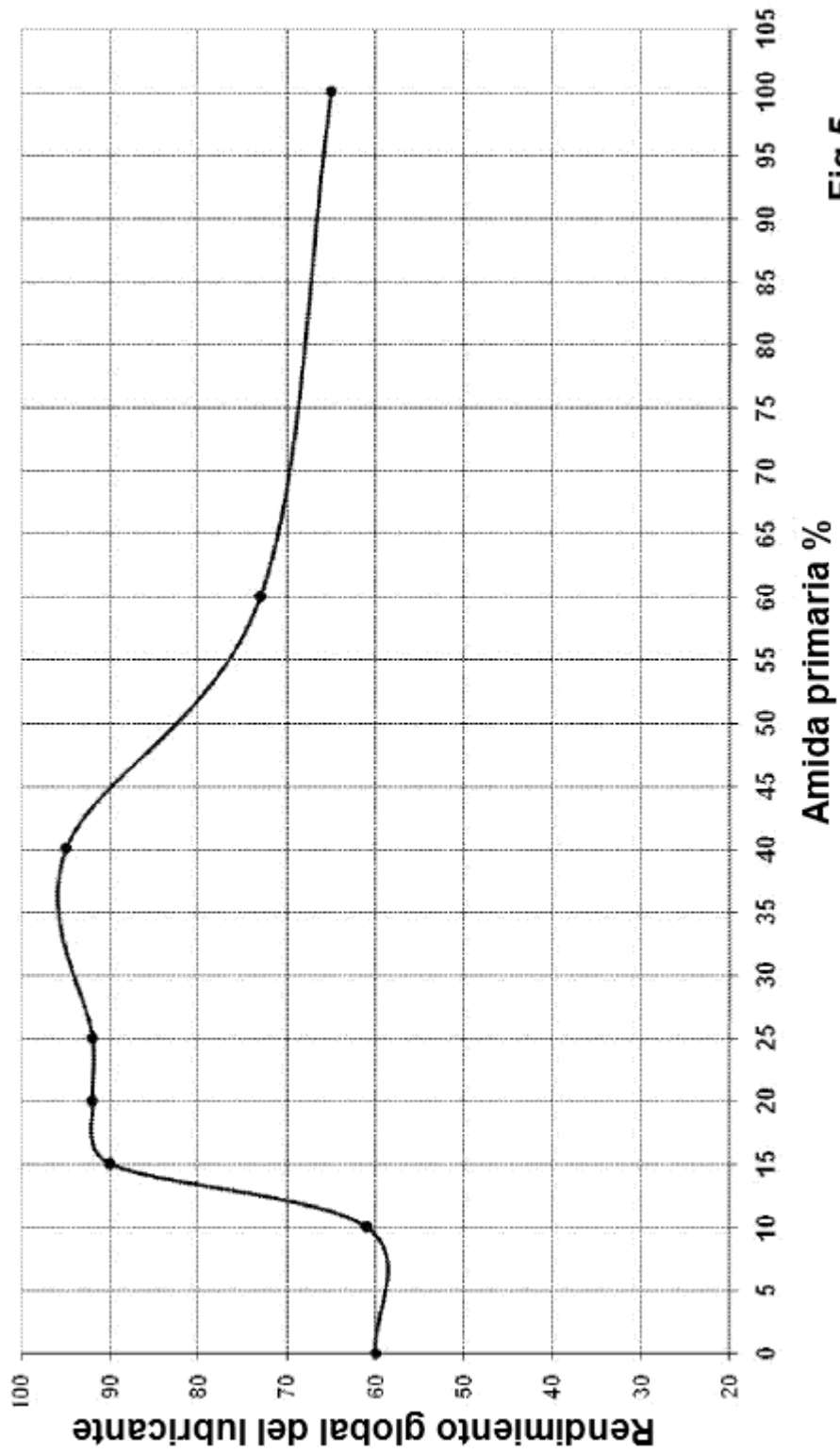


Fig 5