



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑤① Int. Cl.³: H 01 F

1/06

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑪

646 270

⑳ Numéro de la demande: 8037/81

⑦③ Titulaire(s):
Kabushiki Kaisha Suwa Seikosha, Tokyo (JP)

㉔ Date de dépôt: 16.12.1981

③① Priorité(s): 16.12.1980 JP 55-177892

⑦② Inventeur(s):
Okonogi, Itaru, Suwa-shi/Nagano-ken (JP)
Shimoda, Tatsuya, Suwa-shi/Nagano-ken (JP)

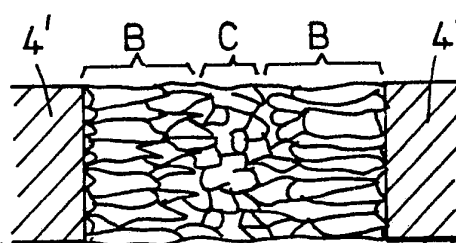
㉔ Brevet délivré le: 15.11.1984

④⑤ Fascicule du brevet
publié le: 15.11.1984⑦④ Mandataire:
Bovard AG, Bern 25**⑤④ Aimant permanent, procédé de fabrication de celui-ci.**

⑤⑦ Pour améliorer les propriétés magnétiques de l'aimant, on procède à un coulage dans un moule (4') d'un lingot d'alliage $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ dans des conditions telles que la plus grande partie du lingot présente une macro-structure colonnaire (B), la plus petite partie présentant une macro-structure équi-axiale (C). Pour ce faire, l'alliage en fusion est coulé dans le moule à une température notablement plus élevée que sa température de solidification.

Les sections colonnaires du lingot sont découpées, puis pulvérisées, et un aimant aggloméré est fabriqué en mettant la poudre obtenue sous pression, au sein d'un champ magnétique.

L'aimant permanent obtenu convient particulièrement pour les cas où l'on désire une forte magnétisation de saturation, une grande force coercitive et une boucle d'hystérésis très carrée.



REVENDECATIONS

1. Aimant permanent dans lequel des particules magnétiques sont agglomérées en étant liées à l'aide d'une résine ou d'un métal en tant que liant, caractérisé en ce qu'il est fait d'un alliage présentant une combinaison de samarium (Sm) et cobalt (Co), cuivre (Cu) et fer (Fe), et au moins un élément sélectionné dans le groupe comprenant le zirconium (Zr), le titane (Ti), le hafnium (Hf), le tantale (Ta), le niobium (Nb) et le vanadium (V), avec une constitution prédominante de cristaux de $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, cet alliage ayant lorsqu'il est moulé une macrostructure à prédominance colonnaire.

2. Aimant permanent selon la revendication 1, caractérisé en ce que les proportions des éléments composants se situent dans les domaines suivants:

Sm: 21 à 28% en poids,

Cu: 3,0 à 10% en poids,

Fe: 14,0 à 35% en poids,

au moins un élément du groupe consistant en Zr, Ti, Hf, Ta, Nb et V formant 0,5% à 5,0% en poids, le solde à 100% en poids étant du Co.

3. Procédé de fabrication de l'aimant permanent selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on soumet un lingot brut d'alliage à un traitement thermique de durcissement d'alliage magnétique, en ce qu'on pulvérise ce lingot en une poudre ayant une dimension moyenne de particules ne dépassant pas 50 microns, on mélange cette poudre avec un liant, et on compacte ou moule le mélange à la forme désirée sous l'action d'un champ magnétique de façon à produire un aimant à base de poudre agglomérée.

4. Procédé de fabrication selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'on utilise les éléments composants dans les proportions situées dans les domaines suivants:

Sm: 21 à 28% en poids,

Cu: 3,0 à 10% en poids,

Fe: 14,0 à 35% en poids,

au moins un élément du groupe consistant en Zr, Ti, Hf, Ta, Nb et V formant 0,5% à 5,0% en poids, le solde à 100% en poids étant du Co.

5. Procédé de fabrication selon la revendication 3 ou la revendication 4, caractérisé en ce qu'on utilise un métal ou une résine organique comme liant pour lier les particules magnétiques.

La présente invention concerne un aimant permanent, de même qu'un procédé de fabrication de celui-ci.

Plus particulièrement, l'invention a trait à un aimant du type à précipitation, fait sur la base d'un alliage ayant une structure cristalline de $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$.

L'invention vise à améliorer les propriétés magnétiques d'un aimant du type à poudre agglomérée (le terme «aggloméré» ayant ici un sens large englobant tout corps obtenu à partir d'une poudre dont les particules sont liées d'une quelconque manière pour former ce corps).

Dans l'art antérieur, on connaissait un type d'aimant permanent faisant appel à la structure d'un lingot moulé pour présenter de bonnes propriétés magnétiques. Ce type d'aimant connu était le type «Alnico». Il s'agissait d'un aimant moulé qui présentait une anisotropie de forme. Cet aimant toutefois n'était pas du type formé d'un aggloméré de poudre liée, et, à la différence de ce que présente, comme on le verra, l'objet de l'invention, il n'avait pas une anisotropie de cristaux.

En général, lorsqu'un métal en fusion est coulé d'un creuset dans un moule, la solidification du métal commence à partir de la paroi du moule, en direction de l'intérieur. Ce phénomène est expliqué par le postulat selon lequel un em-

bryon en contact avec la paroi du moule est sujet, pour devenir le noyau d'un cristal, à une barrière d'énergie plus faible qu'un embryon qui n'est pas en contact avec la paroi du moule mais se déplace à l'intérieur du métal fondu. Les cristaux formés sur la paroi du moule continuent à croître dans le métal fondu, en étant en compétition avec les cristaux adjacents. La région A visible à la fig. 1 (qu'il est avantageux de considérer ici en anticipant sur la nomenclature des figures qui sera donnée plus loin) dans la couche la plus extérieure du lingot, région dans laquelle les cristaux sont en compétition les uns avec les autres pour croître, est dénommée «couche froide» (chilled layer). Puisque le cristal peut croître plus aisément dans une direction, il tend à croître de préférence dans la direction parallèle à celle du gradient de température. De ce fait, le cristal qui croît parallèlement au gradient de température empêche la croissance de cristaux adjacents dans une direction qui ne serait pas parallèle à celle du gradient de température. Durant la croissance des cristaux, tandis que ceux-ci croissent en direction du centre du moule, les cristaux dont la direction de croissance coïncide le plus avec la direction du gradient de température ont la possibilité de «survivre» davantage, au détriment des autres cristaux, de sorte que le nombre des cristaux décroît graduellement. De ceci résulte la formation de la zone colonnaire B (fig. 1). Lorsque les conditions sont adéquates, les fronts opposés des zones colonnaires s'approchent l'un de l'autre et éventuellement entrent en collision l'un avec l'autre, provoquant l'achèvement de la solidification du métal fondu. Toutefois, une zone C de structure équi-axiale est formée à l'intérieur de la zone colonnaire, comme cela est montré à la fig. 1. La raison de la formation de cette structure équi-axiale n'avait pas encore été véritablement comprise. Il a été récemment découvert que des cristaux formés près de la paroi du moule ou de la surface refroidie du métal en fusion se libéraient eux-mêmes de la liaison avec cette face pour devenir des cristaux flottants dans le métal fondu, et ce serait ces cristaux-là qui donneraient naissance à la zone de structure équi-axiale (A. Ohno, T. Motegi, et H. Soda: Trans. ISIJ, 11 (1971) 18).

Un aimant qui est formé d'un alliage à cinq éléments de composition Sm-Co-Cu-Fe-M est dénommé «aimant durci par précipitation» ou «aimant à séparation de phase». Ceci provient de ce que le durcissement magnétique est provoqué par la précipitation de la seconde phase, dans la matrice.

Actuellement, on connaît dans les grandes lignes, deux méthodes permettant une production commerciale d'aimants «à séparation de deux phases». L'une de ces méthodes de production est la méthode de frittage (sintering method). Cette méthode induit la croissance de particules durant le procédé de frittage propre à la diffusion atomique de phase liquide ou de phase solide. Par exemple, des particules magnétiques mesurant 2 à 3 microns arrivent à croître jusqu'à 10 à 50 microns par frittage et recristallisation. La méthode par frittage présente cependant un désavantage en ce sens que les cristaux inhérents au lingot d'alliage original ne peuvent pas être maintenus et que la composition change fortement. Parmi les éléments composants, le métal «terre rare» Sm s'amenuise, dépérit par oxydation et vaporisation. Lors de la fabrication d'un aimant à partir d'un alliage optimum, on ne peut pas atteindre l'importance et la qualité voulues des propriétés magnétiques sans compenser adéquatement la proportion de ce métal particulier. De plus, les propriétés magnétiques tendent à se disperser fortement à l'intérieur des lots ou entre ceux-ci.

L'autre méthode est celle qui est concernée par la présente invention. Il s'agit de la méthode d'obtention d'un aimant à liaison de métal ou de résine, dans laquelle les lingots bruts d'alliage sont soumis à un traitement thermique

de durcissement magnétique, puis à une pulvérisation dont résulte une poudre qui est ensuite liée avec un liant (ou agglomérant) de métal ou de résine. Cette méthode ne peut toutefois donner de bons résultats que moyennant certaines mesures particulières que l'art antérieur n'avait pas su proposer.

Le but de la présente invention est de fournir un aimant permanent amélioré, notamment du point de vue de ses particularités magnétiques, qui peut être obtenu, avec les qualités désirées, seulement en respectant certaines règles comprises dans l'enseignement que l'invention a pour but de fournir.

L'aimant permanent objet de la présente invention atteint ce but par la présence des caractères énoncés par la revendication 1 le procédé permettant l'obtention de cet aimant étant défini dans la revendication 3.

Les revendications dépendantes annexées définissent des formes d'exécution de l'aimant permanent ou de son procédé de fabrication qui sont particulièrement avantageuses quant à la qualité des propriétés magnétiques obtenues (forte magnétisation permanente, grande force coercitive, homogénéité, courbe d'hystérésis carrée...).

Le dessin annexé illustre, à titre d'exemple et comparativement à ce que connaissait l'art antérieur, des formes d'exécution de l'objet de l'invention; dans ce dessin:

la fig. 1 (déjà brièvement considérée) montre en coupe la macrostructure d'un lingot d'alliage du type utilisé par la présente invention. Cette figure montre le moule de coulage (paroi extérieure) en D, la zone de cristal «refroidie» en A, la zone colonnaire en B, et la zone équi-axiale en C,

la fig. 2 est un tableau schématique illustrant la fabrication de l'aimant permanent conforme à la présente invention,

la fig. 3 est une vue, en plan et en coupe, du moule de coulage utilisé pour la fabrication de l'aimant permanent selon l'invention, cette fig. 3 montrant en 1 et 2 chacune des deux parties du moule de coulage (du type séparé), et en 3 l'espace intérieur pour l'alliage en fusion,

les fig. 4 et 5 montrent par des vues en coupe des macrostructures d'alliages obtenus selon une première forme d'exécution, la fig. 4 concernant un alliage produit par une méthode classique et la fig. 5 concernant l'alliage produit en conformité avec la présente invention, ces figures montrant en B la zone de structure colonnaire (englobant partiellement des cristaux refroidis) et en C la zone équi-axiale, le moule de coulage étant représenté en 4,

la fig. 6 est une vue en perspective montrant les positions auxquelles des pièces de test sont coupées du lingot d'alliage de la première forme d'exécution, les positions des pièces de test séquentiellement coupées par intervalles de 4 mm à partir de la paroi du moule étant montrées respectivement en 5, 6, 7 et 8,

la fig. 7 est un diagramme représentant les relations entre les propriétés magnétiques et les positions auxquelles les pièces de test sont coupées dans le lingot de la première forme d'exécution,

la fig. 8 est une vue en perspective montrant un moule de coulage cylindrique en fer dont l'épaisseur de paroi est invariablement de 10 mm, les dimensions indiquées sur cette fig 8 étant en mm,

la fig. 9 est une vue en coupe représentant le lingot issu du moule de coulage de la fig. 8, la coupe étant faite par l'axe en direction longitudinale, cette figure montrant, en A', B', C' et D', respectivement la couche «froide», la zone colonnaire, la zone équi-axiale, et la coupe dans la paroi du moule métallique,

la fig. 10 est un diagramme représentant les propriétés magnétiques des aimants produits à partir du lingot dans la

couche refroidie A', dans la zone colonnaire B' et dans la zone équi-axiale C', ce diagramme montrant spécifiquement la relation entre le temps des vieillissement et la force coercitive (iHc),

5 la fig. 11 est un diagramme représentant les relations entre le temps de vieillissement et la magnétisation de saturation ($4 \pi I_s$) obtenue dans des éléments similaires à ceux qui sont considérés à la fig. 10, et

la fig. 12 est une vue en perspective montrant un moule de coulage rectangulaire en fer, la partie (a) de cette fig. 12 montrant ce moule rectangulaire dans le cas d'un refroidissement à air et la partie (b) montrant ce moule dans le cas d'un refroidissement à l'eau, le fer du moule étant visible en 9 tandis qu'on voit en 10 un tuyau de cuivre pour l'eau de 15 refroidissement, la figure portant de plus des indications de dimensions, en mm.

Le tableau schématique de la fig. 2 illustre la fabrication d'un aimant permanent conforme à la conception particulière proposée. Il apparaît de ce diagramme que l'aimant 20 est fortement affecté par la structure de coulage, à la différence de ce qu'il en est d'un aimant obtenu par la méthode de frittage. On a vu que l'aimant était du type à précipitation, fait d'un alliage Sm-Co-Cu-Fe-M, une structure colonnaire étant donnée à cet alliage pour améliorer ses propriétés 25 magnétiques. Dans la formule ci-dessus, M représente un élément ou une combinaison de plusieurs éléments du groupe comprenant les éléments Zr, Ti, Ta, Hf, Nb et V.

Il a été constaté que lorsque l'alliage Sm-Co-Cu-Fe-M, obtenu dans les conditions de coulage susmentionnées, est 30 divisé en trois fractions quant à sa macrostructure, la première comprenant les cristaux équi-axiaux, la seconde les cristaux colonnaires et la troisième les cristaux «refroidis», un aimant fabriqué à partir de la fraction des cristaux colonnaires est supérieur aux aimants fabriqués à partir des autres 35 fractions quant à toutes les propriétés magnétiques, incluant la magnétisation de saturation ($4 \pi I_s$), la force coercitive (iHc, bHc), et la qualité de courbe d'hystérésis très carrée. Corollairement, les fractions d'alliage comprenant les cristaux équi-axiaux et les cristaux refroidis s'avèrent inférieures 40 quant à ces propriétés. La fraction d'alliage comprenant les cristaux colonnaires refroidis fournit un aimant qui présente des constantes physiques intermédiaires entre celles d'un aimant produit à partir des autres fractions d'alliage.

Puisque l'alliage de cristaux colonnaires a ses cristaux 45 disposés dans une direction fixe, l'aimant permanent fait de cet alliage-là bénéficie d'une bonne orientation mono-axiale des cristaux. Etant donné que la fabrication de l'aimant selon la conception particulière proposée utilise la structure cristalline originale du lingot, en elle-même, à l'encontre de 50 ce qui se fait dans la méthode classique, il s'avère naturellement que la commande de la structure de coulage doit nécessairement être prise en considération. De plus, dans l'alliage multi-éléments utilisé conformément à la conception proposée, le précipité produit par le traitement thermique 55 bénéficie d'une meilleure homogénéité de structure qu'un précipité produit par une quelconque autre méthode, ceci étant probablement dû au fait que l'alliage est composé, de façon prépondérante, de cristaux colonnaires. En conséquence, l'alliage présente également une meilleure courbe 60 d'hystérésis, en ce sens qu'elle est plus carrée. En outre, la structure cristalline et la configuration des précipitations sont améliorées, selon la conception proposée, dans le sens d'une augmentation de la force coercitive (iHc) plus grande que dans l'alliage de cristaux équi-axiaux.

65 Pour obtenir un bon aimant, il est cependant important d'adopter une méthode de fabrication qui soit capable de couler l'alliage selon la conception proposée d'une manière telle que la zone de cristaux refroidis, au voisinage immédiat

de la paroi du moule, comprennent des cristaux refroidis colonnaires et que l'autre partie comprenne des cristaux colonnaires. Dans la cristallisation du lingot d'alliage, la proportion de cristaux colonnaires peut être augmentée en établissant adéquatement les différents paramètres tels que la température de la matière en fusion avant le coulage, la façon de couler, la vitesse de refroidissement du métal fondu coulé et la vitesse de solidification. Dans la conception proposée, il est désiré que le lingot d'alliage contienne des cristaux colonnaires dans une proportion qui ne soit pas inférieure à 30 % en volume. Il est en fait désiré que cette proportion excède 50 % et même de préférence 70 %. En ce qui concerne la composition d'alliage appliqué selon la conception proposée, le contenu de Sm est dans le domaine de 21 à 28 % en poids. Si la proportion de Sm est inférieure à 21 %, l'alliage permet la croissance d'une phase Fe-Co à côté de la phase $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$. En conséquence, la qualité de courbe d'hystérésis «carrée» se dégrade et la force coercitive (iHc) est également extrêmement dégradée. Si la proportion de Sm excède 28 %, la proportion d'une phase SmCo_5 qui dérive de la phase $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ augmente, la magnétisation de saturation ($4 \pi \text{ Is}$) diminue, et le produit d'énergie décline. Ainsi, la limite supérieure est fixée à 28 %.

Le contenu de Cu doit dépasser 3 % de façon à permettre l'accélération voulue du durcissement du précipité. D'autre part, si ce contenu excède 10 %, la magnétisation de saturation ($4 \pi \text{ Is}$) et la qualité de courbe d'hystérésis «carrée» sont détériorées. Ainsi, la limite supérieure est fixée à 10 %. L'élément Fe occupe le site Co dans le cristal de $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, et ceci améliore la magnétisation de saturation ($4 \pi \text{ Is}$) et conduit ainsi à un rehaussement du produit d'énergie. Si toutefois le contenu de Fe excède 35 %, les cristaux de $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ne peuvent plus être maintenus et la force coercitive (iHc) est amoindrie. Ainsi, le contenu de fer a sa limite supérieure à 35 % en poids. En ce qui concerne l'élément M, qui consiste en Zr, Ti, Hf, Ta, Nb ou V, sa proportion de contenu ne doit pas excéder 5 %, sinon la magnétisation de saturation ($4 \pi \text{ Is}$) se trouve extrêmement dégradée. Par ailleurs, si la proportion de contenu de l'élément M est inférieure à 0,5 % l'alliage manque d'acquiescer le minimum de 4'000 Oe de force coercitive (iHc) indispensable pour l'aimant permanent. L'élément M, lorsqu'il est incorporé dans l'alliage, est admis comme se dispersant uniformément dans le lingot d'alliage pour améliorer la forme du précipité et pour promouvoir la fixation d'azote, de même que pour contribuer à d'autres avantages. Dans le domaine de 0,5 à 5 %, l'élément M peut être incorporé sous la forme d'un seul élément ou sous la forme d'une combinaison de deux ou de plus de deux éléments. Dans cette dernière forme, l'addition de M a un effet au moins égal, et même meilleur, que l'addition dans la première forme citée, en ce qui concerne l'amélioration des propriétés magnétiques. Le reste de la composition d'alliage est formé de Co. Il est désiré que les impuretés qui interviennent inévitablement dans l'alliage, provenant des matériaux bruts utilisés et s'introduisant durant le procédé de fabrication de l'alliage (fusion, puis coulage, puis traitement thermique, puis pulvérisation) ne dépassent pas une proportion de 0,5 %.

Les points importants qui conditionnent les propriétés magnétiques de l'alliage selon la conception proposée, dans le procédé de manufacture, pendant et après l'étape de pulvérisation, sont énumérées ci-dessous:

(1) La poudre magnétique doit être produite par utilisation d'une machine adéquate, comme par exemple une meule à jet, une meule à billes, un marteau-pilon (hammer crusher) ou une meule à pointe (top mill) en développant tous les efforts possibles pour prévenir l'oxydation. Il est désirable que la poudre magnétique ait une dimension

moyenne de particule non supérieure à 50 microns. De préférence, la dimension moyenne des particules devrait se situer dans le domaine de 10 à 20 microns. Dans la distribution des dimensions de particules, il est requis que le plus grand diamètre de particule ne soit pas supérieur à 100 microns. Sinon, l'orientation dans le champ magnétique est défavorablement affectée et la densité de flux magnétique résiduel (Br) exerce alors une influence néfaste. De plus, la coquille utilisée pour presser la poudre pour former l'aimant subit alors une très forte usure, de sorte que l'aimant ne peut pas être obtenu, d'une façon précise, à la forme désirée.

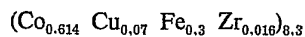
(2) En ce qui concerne le liant, on peut utiliser soit un polymère organique, soit un métal. Les différents types de liants organiques qui peuvent être avantageusement employés selon la conception proposée comprennent les résines thermo-plastiques et thermo-formables (thermo-setting), tels que des résines époxy, la substance EVA (éthylène-vinyl-acétate), le caoutchouc, le polyester et le nylon. La résine, dans une proportion se situant grossièrement dans le domaine de 1,0 à 15 % en poids et la poudre magnétique dans la proportion restante pour atteindre 100 % en poids, sont mélangées. Le mélange résultant est moulé ou compacté en une forme établie, dans un champ magnétique, puis il est thermiquement solidifié.

En tant que liant métallique, un métal ou un alliage dont le point de fusion (M.P.) ne dépasse pas 400°C doit être utilisé. Il est utilisé sous forme d'un mélange avec la poudre magnétique ou alors appliqué à la surface des particules de la poudre magnétique par plaquage. Les types de métaux qui peuvent être avantageusement utilisés comprennent le Zn (M.P. 419,5°C) le Cd (M.P. 320,9°C), le In (M.P. 156,6°C), le Sn (M.P. 231,9°C), le Pb (M.P. 327,3°C) et le Bi (M.P. 271°C). Les alliages de ces métaux sont également utilisables. Le plaquage du matériau liant à la surface des particules de la poudre magnétique est réalisé par plaquage de nickel non électrolytique, ou par la technique de dépôt sous vide (comme par exemple la méthode de giclage, le plaquage par ions, la technique CVD ou PVD).

On va maintenant décrire d'une façon détaillée des formes d'exécution conformes à la conception particulière proposée:

Première forme d'exécution:

Dans une atmosphère de gaz argon, un kg de matériau brut pour le lingot d'alliage, préparé dans une composition de 23,54 % de Sm, 5,78 % de Cu, 21,77 de Fe, 1,9 % de Zr et le reste jusqu'à 100 % de Co, comme cela est représenté par la formule de constitution



est fondu et moulé dans le moule représenté à la fig. 3.

Ceci peut être fait, comparativement, dans le cas de la méthode classique et dans le cas de la méthode selon la conception proposée.

Tout d'abord, selon la méthode classique, la température du métal fondu est 1'460°C et la vitesse de coulage est de 1 kg/10 sec, se qui correspond à un coulage relativement lent. Le refroidissement est fait à l'air. Le moule, fait d'un matériau de classe S15C selon les normes japonaises JIS (04OA15 ou 05OA15 selon les normes britanniques BS, CK15 ou C15 selon les normes allemandes DIN), consiste en deux formes 1 et 2. Sur la fig. 3, on voit, en 3, la partie dans laquelle l'alliage fondu est moulé. Le lingot obtenu est une colonne de section carrée mesurant 35 mm × 35 mm × 80 mm.

La fig. 4 représente en coupe la macrostructure du lingot ainsi obtenu par une méthode classique. On voit en 4 le moule, en B les cristaux colonnaires, et en C les cristaux équiaux. Les cristaux équiaux C représentent 60 à

70% du tout et les cristaux colonnaires B ne forment que la proportion restante, notablement petite.

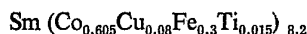
Deuxièmement, on va considérer le cas où la même composition est traitée conformément à l'invention. Cette composition est amenée à fondre à l'aide d'ondes à haute fréquence dans une atmosphère de gaz argon, et l'alliage en fusion est coulé dans le même moule, représenté à la fig. 3. Les conditions de coulage sont une température du métal en fusion de 1'580°C, et une vitesse de coulage de 3 à 5 sec/kg.

Comme l'alliage a un point de fusion de 1'260°C, la méthode de coulage proposée prévoit un coulage de l'alliage fondu à une température qui est de 320°C supérieure au point de fusion (ou de solidification). En conséquence, la proportion de noyaux de solidification possiblement produits après l'introduction de l'alliage en fusion dans le moule diminue et la croissance de cristaux colonnaires est favorisée. Ensuite, le lingot obtenu est sujet au processus représenté à la fig. 2, qui comprend les étapes de traitement thermique, puis de pulvérisation, puis d'incorporation d'un liant, puis de compression du mélange de poudre magnétique adjointe de liant au sein d'un champ magnétique, puis d'un moulage de compression, puis d'un curage, pour permettre finalement la mesure de B - H, destinée à tester les propriétés magnétiques. Pour le traitement thermique, 200 g de lingot brut sont sélectionnés. Dans la partie centrale dans la direction longitudinale (hauteur), le lingot est chauffé à $1'150 \pm 2^\circ\text{C}$ durant 20 heures, puis ensuite refroidi jusqu'à la température ambiante normale, à la vitesse de 20 à 25°C/min. Ensuite, le lingot est chauffé dans une atmosphère de gaz argon à $800 \pm 3^\circ\text{C}$ durant 24 h, puis il est refroidi sous contrôle (quenched) à la vitesse de 15 à 20°C/min. Après un traitement de curage magnétique, le lingot est découpé en tranches de 4 mm à partir de la partie adjacente à la paroi de moule 4", comme cela est illustré à la fig. 6. Les sections découpées sont numérotées successivement 5, 6, 7, et 8, à partir de la paroi de moule en direction du centre du lingot. Ainsi, la section 8 se situe pratiquement au centre de la section droite à travers le lingot. Chaque specimen est pulvérisé en une poudre ayant des dimensions moyennes de particules de 12 microns. La poudre est ensuite mélangée dans un mortier avec 1,9% en poids de liant du type époxy à un composant, puis elle est comprimée au sein d'un champ magnétique. L'intensité du champ magnétique se situe dans le domaine de 15 à 18 kGauss et la pression maximum de compression est de 5 tonnes/cm². Cette compression produit une pièce de test cylindrique de 15 mm de diamètre et 5t mm de longueur. Il est curé à 150°C durant 3 h, puis les courbes B-H sont mesurées sur un appareil de mesure du flux magnétique, auto-enregistrant, en DC. Les propriétés magnétiques qui sont ainsi déterminées sont montrées à la fig. 7. On voit que les propriétés magnétiques diffèrent clairement selon que la portion utilisée était à structure colonnaire ou à structure équi-axiale. L'indication «Mix», portée en l'abscisse de la fig. 7, à côté des quatre désignations de portions 5, 6, 7, 8, indique que la pièce de test avait été préparée par pulvérisation de la moitié restante du lingot de la fig. 6, la poudre résultante ayant subi le même processus indiqué ci-dessus. La portion de structure colonnaire représente 20 à 30% du lingot entier dans le cas de la méthode classique et 70 à 80% du lingot entier dans le cas de la conception proposée. Il est de plus confirmé que les propriétés magnétiques sont améliorées dans la proportion où la part de la zone colonnaire augmente en % dans la macrostructure du lingot.

À la fig. 7, on remarque que les courbes en trait plein concernent l'objet de la conception proposée, tandis que les courbes en traits pointillés concernent l'art antérieur.

Deuxième forme d'exécution:

Dans les mêmes conditions que celles de la première forme d'exécution, un kilo de matériau brut a été fondu, puis moulé dans le même moule, avec une température de métal en fusion de 1'590°C. La composition de l'alliage était représentée par la formule de constitution suivante:



Les conditions de fabrication de l'aimant à partir de cet alliage étaient les mêmes que dans le cas de la première forme d'exécution. Les propriétés magnétiques obtenues ont été les suivantes:

15	Br (KGauss)	— 8,56
	bHc (KOe)	— 6,75
	iHc (KOe)	— 10,1
	(B.H)max	— 15,9 MGOe
	Densité	— 7,16 g/cm ³

20 Dans cet alliage, la zone colonnaire atteignait 75% en volume par rapport au volume total.

Troisième forme d'exécution:

En suivant les mêmes étapes que pour la forme d'exécution 1, un aimant a été produit à partir de la composition d'alliage indiquée ci-dessous, et les propriétés magnétiques obtenues ont été celles qui sont indiquées plus bas:

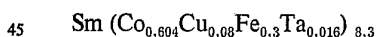


30	Br (KGauss)	— 8,68
	bHc (KOe)	— 7,00
	iHc (KOe)	— 9,8
	(B.H)max.	— 16,15 MGOe
	Densité	— 7,20 g/cm ³

35 Avec cet alliage la proportion de la zone colonnaire atteignait 80% en volume par rapport à la totalité de l'alliage.

Quatrième forme d'exécution:

En suivant toujours les mêmes étapes que dans la première forme d'exécution, un aimant a été fabriqué à partir de l'alliage dont la composition est indiquée ci-dessous et cet aimant présentait les propriétés magnétiques qui sont indiquées juste au-dessous de cette composition:

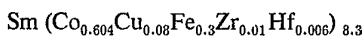


45	Br (KGauss)	— 8,60
	bHc (KOe)	— 6,95
	iHc (KOe)	— 10,9
	(B.H)max.	— 16,0 MGOe
	Densité	— 7,06 g/cm ³

50 Dans cet alliage, la zone colonnaire atteignait 75% en volume par rapport à la totalité de l'alliage.

55 Cinquième forme d'exécution:

En suivant toujours les mêmes étapes que dans la première forme d'exécution, un aimant a été fabriqué à partir de l'alliage dont la composition est indiquée ci-dessous, et cet aimant présentait les propriétés magnétiques qui sont indiquées juste au-dessous de cette composition:

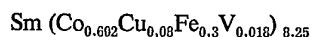


65	Br (KGauss)	— 8,68
	bHc (KOe)	— 7,00
	iHc (KOe)	— 11,0
	(B.H)max.	— 16,2 MGOe
	Densité	— 7,10 g/cm ³

Dans ce cas, la zone colonnaire atteignait 72% en volume par rapport à la totalité de l'alliage. Dans cette forme d'exécution, le Zr et le Hf sont utilisés en combinaison en tant qu'éléments M, dans la composition de l'alliage. Les propriétés magnétiques présentées par l'aimant obtenu étaient aussi favorables que celles de l'aimant obtenu dans le cas de la première forme d'exécution.

Sixième forme d'exécution:

En suivant toujours les mêmes étapes que dans la première forme d'exécution, un aimant a été fabriqué à partir de l'alliage dont la composition est indiquée ci-dessous et cet aimant présentait les propriétés magnétiques qui sont indiquées juste au-dessous de cette composition



Br (KGauss)	— 8,50
bHc (KOe)	— 8,65
iHc (KOe)	— 10,1
(B.H)max.	— 15,6 MGOe
Densité	— 7,15 g/cc

Dans cet alliage, la zone colonnaire atteignait approximativement 70% en volume par rapport à la totalité de l'alliage.

Septième forme d'exécution:

Un kg d'alliage ayant la composition indiquée dans la colonne «alliage 1» de la table 1 ci-dessous a été fondu dans un creuset d'alumine en utilisant un fourneau à ondes à haute fréquence. L'alliage fondu a été coulé à une température de 1'600°C dans un moule métallique en fer ayant la construction représentée à la fig. 8. Le moule avait une épaisseur de paroi de 10 mm. Une fois refroidi, l'alliage était constitué de la manière représentée à la fig. 9 qui illustre la macrostructure du lingot d'alliage par une vue en coupe passant par le centre du lingot. Concernant les différentes portions de structure, la fig. 9 montre en A' la couche froide, en B' la zone colonnaire et en C' la zone équi-axiale.

TABLE 1

	Alliage 1	Alliage 2	Alliage 3
Sm	23,12	26,59	21,54
Co	51,15	47,06	52,20
Cu	6,57	9,44	6,70
Fe	15,87	15,21	16,19
Zr	3,30	1,69	3,37

[en pourcent en poids (wt%)]

Dans cette forme d'exécution, des parties de lingot ont été découpées des portions A', B' et C' dans la masse coulée de l'alliage indiqué dans la colonne «alliage 1» de la table 1. Chacune des parties de lingot en solution solide ont été traitées à une température adéquate dans le domaine de 1'140 à 1'180°C, puis elles ont été soumises à un traitement de vieillissement à 800°C. Ensuite, elles ont subi un durcissement magnétique puis ont été pulvérisées pour fournir une poudre. Cette poudre a été malaxée avec addition de 2,1% en poids d'un liant organique du type époxy. Le mélange résultant a été comprimé à la presse au sein d'un champ magnétique. Le mélange comprimé a ensuite été chauffé à 150°C durant 2 h pour effectuer le curage de la résine dans

le solide aggloméré par compression, de façon à former un aimant. Cet aimant avait la forme d'un cylindre mesurant 15 mm de diamètre et 6t mm de longueur. Les relations entre les propriétés magnétiques de l'aimant obtenu et la macrostructure de l'alliage sont représentées aux figures 10 et 11. La fig. 6 montre la relation entre la force coercitive (iHc) et le temps de vieillissement à 800°C. Sur le diagramme, les indications A', B' et C' désignent respectivement la portion de couche froide, la portion (ou système) de cristaux colonnaires et la portion (ou système) de cristaux équi-axiaux.

La fig. 11 représente les relations entre la magnétisation de saturation ($4\pi I_s$) et le temps de vieillissement. On voit, en considérant les fig. 10 et 11, que les aimants produits à partir de la portion de cristaux colonnaires présentent de meilleures propriétés magnétiques que les aimants obtenus à partir des autres portions.

Huitième forme d'exécution:

Les alliages ayant les compositions indiquées respectivement dans les colonnes «alliage 2» et «alliage 3» de la table 1 ci-dessus ont été fondus de la même manière que dans le cas de la septième forme d'exécution. Les alliages en fusion ont été coulés chacun à une température de 1'600°C dans le moule de fer représenté à la fig. 12. La partie (a) de celle-ci représente un moule refroidi à l'air et la partie (b) de cette fig. 12 représente un moule entouré d'un tuyau de cuivre permettant de maintenir son refroidissement à l'aide d'une circulation d'eau.

Les deux moules (a) et (b) sont identiques quant à leurs dimensions, leur forme et le matériau dont ils sont faits; ils ne diffèrent que par le fait que l'un est muni d'un dispositif de refroidissement à eau. Les compositions d'alliage indiquées dans les colonnes «alliage 2» et «alliage 3» de la table 1 ont été traitées de la même manière décrite pour la septième forme d'exécution. Deux lingots ont été obtenus dans les moules représentés respectivement aux parties (a) et (b) de la fig. 12. De plus, un des lingots a été produit par refroidissement du métal fondu directement dans le creuset.

Les observations des structures des trois lingots susmentionnés, obtenus avec différentes vitesses de refroidissement, révèlent que les lingots de l'alliage 1 et de l'alliage 3, obtenus avec refroidissement à eau, sont formés substantiellement en entier de cristaux «refroidis» tandis que le lingot obtenu par refroidissement à air comprend plus de 90% en volume de cristaux colonnaires. Ces observations montrent également que les lingots refroidis dans le creuset sont formés de cristaux équi-axiaux grossiers. Les trois types de lingots de l'alliage 1 et de l'alliage 3 sont chacun des solutions solides traitées dans les conditions optima entre 1'140°C et 1'180°C, puis subséquemment vieillis à 800°C durant deux heures, puis à 700°C durant quatre heures. Ensuite, en suivant la même procédure que pour la septième forme d'exécution, des aimants liés à la résine ont été produits à partir des lingots d'alliage. Ces aimants ont été testés quant à leurs propriétés magnétiques. Les résultats en sont consignés dans les tables 2 et 3 ci-dessous. La table 2 représente les résultats de l'alliage 2 et la table 3 représente ceux de l'alliage 3. Les formules de constitution des trois compositions d'alliage 1, 2 et 3 sont tout d'abord indiquées ci-dessous:

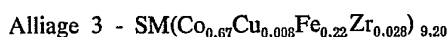
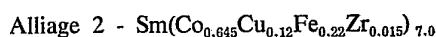
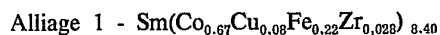


TABLE 2

Méthode de refroidissement	Br(G)	bHc(O) ℓ	(BH)max (MGO) ℓ
refroidissement à eau	6800	2100	6,5
refroidissement à air	7600	5500	13,7
refroidissement dans le creuset	7500	1800	6,0

TABLE 3

Méthode de refroidissement	Br(G)	bHc(O) ℓ	(BH)max (MGO) ℓ
refroidissement à eau	7050	1050	4,2
refroidissement à air	8100	5400	14,5
refroidissement dans le creuset	7800	950	3,8

On note, en considérant les tables 2 et 3 ci-dessus, que, parmi les lingots obtenus des alliages 1 et 3, le type de lingot

refroidi à l'air et ayant une structure colonnaire présente les propriétés magnétiques les plus élevées.

Tout cela vient d'être décrit en détail en liaison avec différentes formes d'exécution, la conception particulière 5 proposé par l'invention réside en une conversion de la structure des alliages moulés en une structure colonnaire et en amenant cette structure colonnaire à représenter au moins 50% en volume de toute la structure. La satisfaction de ces conditions permet d'améliorer dans une mesure remarquable 10 les propriétés magnétiques des aimants formés de poudre liée (ou agglomérée) obtenus par utilisation d'un cristal du type $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$. La satisfaction de ces conditions permet en même temps une production en grandes séries de l'alliage lui-même, sous forme de grands lingots pesant par exemple 15 5 kg, 20 kg, 50 kg et 100 kg. Ainsi, la conception proposée par l'invention s'avère hautement profitable dans le domaine technique en question.

On remarque que l'aimant permanent conforme à la conception proposée par l'invention, à la différence des 20 aimants selon l'art antérieur qui n'avaient qu'une anisotropie de forme, présente une anisotropie de cristaux, due à sa structure d'aggloméré de poudre liée, et due également à la façon dont il est fabriqué, à partir d'un lingot à structure principalement colonnaire, ou à partir d'une portion de 25 lingot ayant cette structure. Les qualités avantageuses dues à cette structure colonnaire se trouvent cumulées dans l'aimant du fait de sa fabrication comprenant un passage à l'état de poudre.

30 Littérature citée: A. Ohno, T. Motegi et H. Sode: Tran. ISIJ. (1971) 18

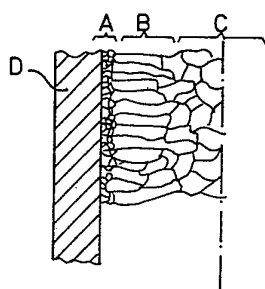


FIG. 1

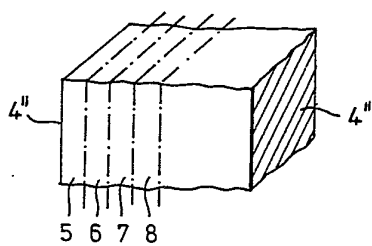


FIG. 6

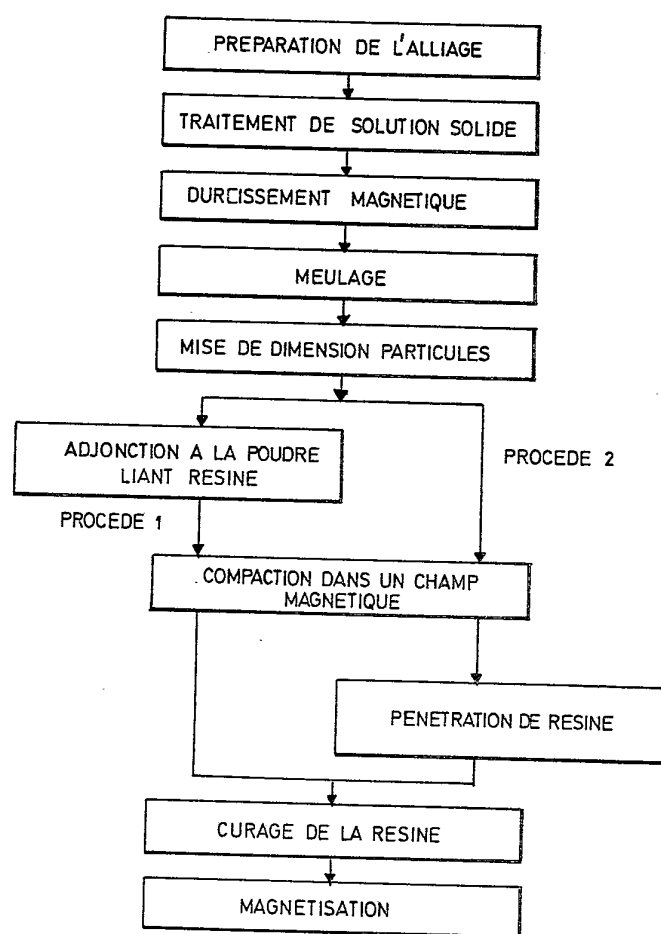


FIG. 2

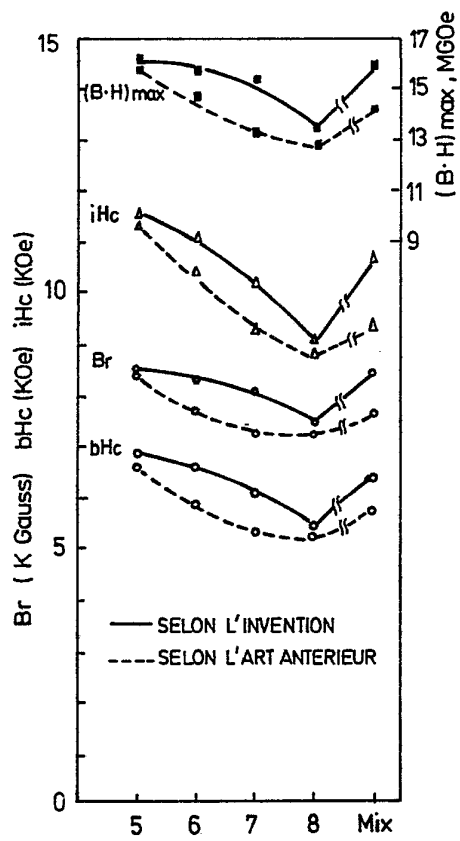


FIG. 7

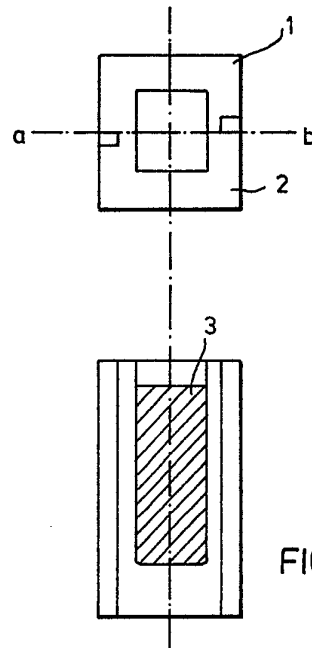


FIG. 3

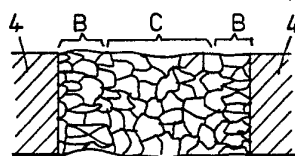


FIG. 4

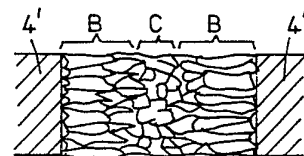


FIG. 5

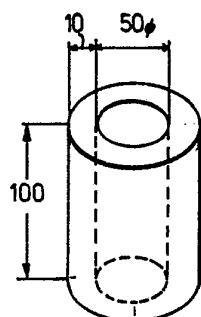


FIG. 8

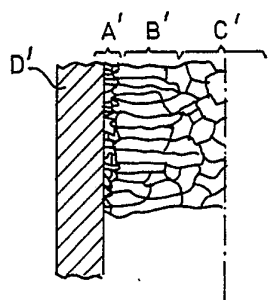


FIG. 9

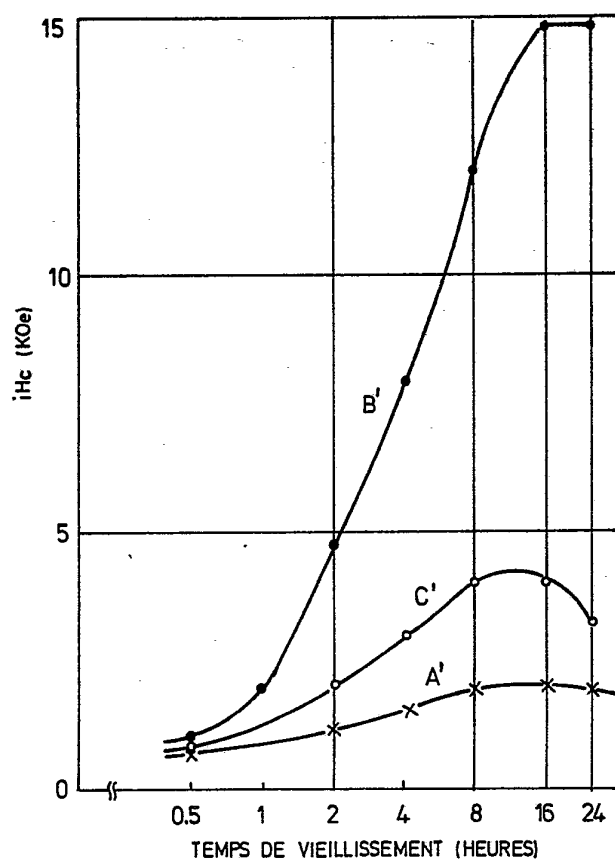


FIG. 10

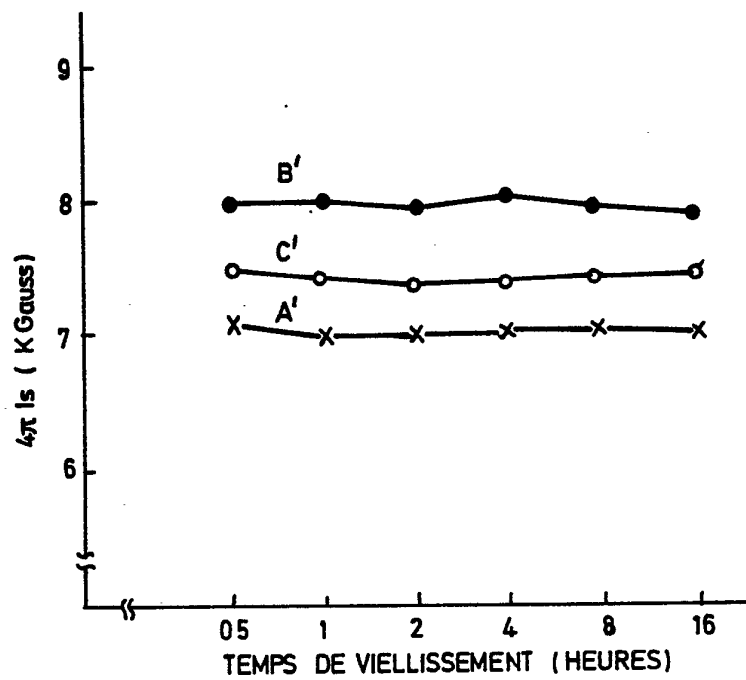


FIG. 11

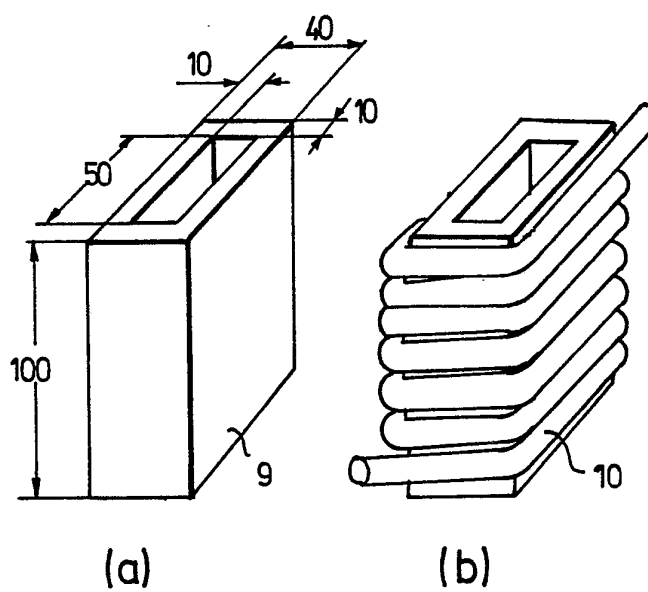


FIG. 12