

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

40639/12

Nr 30368

Kl. 18 d, 2/10

C22c 39/12

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven

Sposób obróbki cieplnej tworzywa służącego do wyrobu magnesów stałych

Zgłoszono 13 marca 1937

Udzielono 2 lutego 1942

Pierwszeństwo: 17 marca 1936 (Niemcy)

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu przeprowadzania obróbki cieplnej tworzywa służącego do wytwarzania magnesów stałych. Znane jest wytwarzanie magnesów stałych ze stopów żelaza zawierających 3—50% niklu, 1—50% tytanu i ewentualnie 0,01—50% kobaltu, przy czym stop może ponadto zawierać jeden lub kilka takich pierwiastków, jak miedź, molibden, wolfram, chrom, aluminium, arsen, wanad lub mangan, w ilości do 20%. Przy tym stopy zawierające tytan w ilości 8,1—40% są uznane za najkorzystniejsze.

W celu obróbki cieplnej tych stopów zaleca się chłodzenie w formie odlewni-

czej metalowej lub podobnej. Podobna metoda odlewnicza zapewnia, jak wiadomo, bardzo szybkie chłodzenie.

Badania w tej dziedzinie wykazały również, że wzmiankowane powyżej znane stopy o zawartości 8,1—40% tytanu wymagają w celu uzyskania zadowalających właściwości magnetycznych materiału, niezależnych od wymiarów wykonanych z nich magnesów, zastosowania możliwie szybkiego chłodzenia. Stwierdzono nawet, że trwałość właściwości magnetycznych tych stopów jest tym większa, im szybciej odbywa się chłodzenie.

W praktyce jednak warunek ten stanowi wielką niedogodność, ponieważ po-

dobne dostatecznie szybkie ochłodzenie przy użyciu dostępnych środków chłodzących można uzyskiwać tylko przy wyrobie odlewów mniejszych, o ciężarze np. 50 — 500 gramów. Przy wytwarzaniu odlewów większych, np. magnesów stałych o ciężarze około 1000 — 2000 gramów, dostatecznie szybkiego chłodzenia i tym samym pożądaných magnetycznych właściwości nie można uzyskać wskutek znacznego zapasu ciepła w tych odlewach.

Stwierdzono również, że gdy uda się raz uzyskać przy wyrobie mniejszych odlewów wymagane szybkie chłodzenie, to przeważnie magnesy stałe nie nadają się do użytku ze względów mechanicznych, gdyż wykazują szkodliwe rysy lub nawet zupełnie pękają.

W przeciwieństwie do znanych poglądów, że tylko stopy o zawartości 8,1 — 40% tytanu są najlepsze na magnesy stałe, stwierdzono według wynalazku, że właśnie stopy o zawartości mniejszej niż 8% tytanu posiadają najkorzystniejsze właściwości zarówno magnetyczne, jak i mechaniczne, lecz tylko w razie uczynienia zadość pewnym warunkom, a mianowicie po pierwsze stop powinien zawsze zawierać aluminium, a po wtóre powinien być chłodzony stosunkowo powoli. Oprócz tego wynalazek niniejszy opiera się na stwierdzeniu, że zawartość aluminium nie może być dowolna, lecz powinna się mieścić w określonych granicach.

Magnes stały, wykonany według wynalazku, posiada wartość BH równą co najmniej 1500000 i jest utworzony ze stopu żelaza, który obok zanieczyszczeń zawiera 13—22% niklu, 6—30% kobaltu, 0,5—8% tytanu i 4—11,5% aluminium. Stosownie do sposobu według wynalazku stop ten zostaje ochłodzony bądź bezpośrednio ze stanu ciekłego, bądź też po ponownym ogrzaniu go do wysokiej temperatury (homogenizującej), przy czym szybkość ochładzania

od temperatury leżącej w zakresie temperatur pomiędzy 950° C i punktem topnienia do temperatury około 650° powinna wynosić najwyżej 8° C na sekundę, po czym dalsze chłodzenie stopu do temperatury pokojowej uskutecznia się w sposób dowolny, np. w powietrzu.

Powolne chłodzenie, zastosowane według wynalazku i wynoszące co najwyżej 8° C na sekundę, pozwala również na wykonywanie większych magnesów stałych o ciężarze np. 1000 — 2000 gramów przy użyciu środków chłodzących, dostępnych w praktyce. Dzięki powolnemu chłodzeniu unika się również powstawania rysów i pęknięć w odlewach. Stosunkowo niewielka zawartość tytanu pozwala na obniżenie ceny otrzymywanego stopu.

Sposób według wynalazku pozwala na wykonywanie magnetycznych stopów stalowych, które posiadają równe, a w wielu przypadkach korzystniejsze właściwości magnetyczne aniżeli stopy o dużej zawartości tytanu. Stopy te po namagnesowaniu wykazują remanencję około 6500 — 9500 gausów i siłę koercyjną około 900 — 300 oerstedów, przy czym wykazują największą wartość iloczynu BH około 1500000, a nawet powyżej 2000000. Wyrób tych stopów stalowych może być uskuteczniany przez odlewanie lub też w znany sposób, polegający na tym, że odpowiednie składniki, najlepiej w postaci stopów wstępnych lub pośrednich, miesza się ze sobą w stanie rozdrobnionym, następnie stłacza się i wreszcie spieka się.

Szczególnie korzystne właściwości stopu otrzymuje się w razie dobrania zawartości tytanu i aluminium tak, żeby ich suma wynosiła około 9 — 15%, a najlepiej około 11%.

Zawartość 0,5 — 8% tytanu można uzyskać przez dodanie żelazo-tytanu, który w zależności od swej jakości zawiera około 20 — 40% tytanu. W tym przypadku jed-

nak trzeba uwzględnić zawarte w żelazotytanie domieszki i zanieczyszczenia, np. *Al, Si, Cu, Mn*. W szczególności należy uważać, aby zawartość krzemu w żelazotytanie nie była zbyt duża, tak aby po wytworzeniu stopu magnetycznego zawartość jego była mniejsza niż 1%, w przeciwnym bowiem razie wpływałaby ona niekorzystnie na magnetyczne właściwości stopu. Mangan, znajdujący się w stopie, zasadniczo wcale nie zmienia jego właściwości magnetycznych.

Podane najwyższe zawartości procentowe niklu, kobaltu i tytanu nie mogą być jednocześnie zawarte w tym samym stopie, gdyż w tym przypadku najlepsze właściwości magnetyczne nie mogłyby być na ogół osiągnięte za pomocą zwykłej obróbki cieplnej.

Zresztą istnieje zupełna swoboda w doborze podanych zawartości procentowych różnych składników stopu, dopóki czyni się zadość warunkowi co do łącznej zawartości w nim tytanu i aluminium, jak również co do zawartości krzemu.

Obróbka cieplna może odbywać się w rozmaity sposób. Należy tu zaznaczyć, że każdy stalowy stop magnetyczny z podanego wyżej szeregu stopów wymaga w zależności od swego składu pewnej określonej szybkości chłodzenia, aby w każdym przypadku można było uzyskać najwyższe osiągalne wartości remanencji (magnetyzmu szczątkowego) i siły koercyjnej. Najkorzystniejsza w poszczególnym przypadku szybkość chłodzenia może być ustalona za pomocą prostej próby.

Na ogół obróbkę cieplną prowadzi się w ten sposób, że odlew ogrzewa się do możliwie wysokiej temperatury, najlepiej powyżej 1150°C, po czym ochładza się go z ustaloną na innych próbkach szybkością,

która jednak powinna być przeciętnie mniejsza niż 8°C/sek, aż do temperatury, w której hartowanie nie wywiera już korzystnego wpływu na pożądane właściwości magnetyczne, to znaczy do około 650°C, a dalej ochładza się już w sposób dowolny, np. w powietrzu.

Środki chłodzące, które w niniejszym przypadku mogą być stosowane z korzyścią, są to np. ciecze, które pozwalają na powolne hartowanie, jak np. woda gliniasta, którą stosuje się najlepiej do chłodzenia przedmiotów większych rozmiarów, następnie powietrze sprężone, wilgotny piasek, powietrze nieruchome, suchy piasek lub piece ogrzane do odpowiedniej temperatury.

W szczególnych przypadkach, np. przy chłodzeniu odlewów średnich rozmiarów i korzystnego ich kształtu, można nawet odlew ochłodzić przez proste odlanie go do odpowiedniej formy z suchego lub wilgotnego piasku formierskiego. W tym przypadku odlew sam ochładza się z odpowiednią szybkością, tak iż specjalna obróbka cieplna staje się zbędna.

Dalsze ulepszenie właściwości magnetycznych, a w szczególności zwiększenie wartości *BH* max, daje się osiągnąć najczęściej w ten sposób, że stop po wspomnianej obróbce cieplnej poddaje się odpuszczaniu w znany sposób do temperatury 600 — 700°C, np. w ciągu kilku godzin, potem chłodzi się go w sposób dowolny. W celu lepszego uwypuklenia zalet wynalazku niniejszego w następującej tabeli podano tytułem przykładu pewne wartości uzyskane doświadczalnie.

Wychodzi się z próbek o wymiarach 10 × 32 × 100 mm podzielonych później przed przystąpieniem do odpuszczania na kawałki o wymiarach 10 × 32 × 30 mm.

A. według wynalazku						B. według zwykłego sposobu	
Skład stopu	Ochładzanie w formie z piasku z szybkością 1 ^o C na sekundę	Po odpuszczeniu	Po ponownym ogrzaniu do 1250 ^o C i ochłodzeniu w powietrzu z szybkością 1/2-8 ^o C na sekundę	Po ponownym odpuszczeniu	Szybkie ochładzanie (od 1250 ^o C w czasie jednej minuty w kąpeli roztopionej cyny o 650 ^o C, a następnie w dalszym ciągu w powietrzu do temperatury pokojowej)	Po odpuszczeniu (około 6,5 godzin)	
	$B_{rem.}$ $H_{koert.}$	$B_{rem.}$ $H_{koert.}$	$B_{rem.}$ $H_{koert.}$	$B_{rem.}$ $H_{koert.}$	$B_{rem.}$ $H_{koert.}$	$B_{rem.}$ $H_{koert.}$	
16 ^{0/0} Ni 25 ^{0/0} Co 4 ^{0/0} Ti I. 7 ^{0/0} Al reszta stopu Fe	8600 440	8000 592	Szybkość ochładzania 3 ^o C na 1 sek. 9900 356	9000 568	6550 48	9150 136	
16 ^{0/0} Ni 25 ^{0/0} Co 13 ^{0/0} Żelazotytanu II. (=Ca. 2,8 ^{0/0} Ti) 6,5 ^{0/0} Al 1 ^{0/0} Cu reszta stopu Fe	9600 400	8550 560	Szybkość ochładzania 3 ^o C na 1 sek. 9700 324	9200 472	5500 32	8650 112	
16 ^{0/0} Ni, 25 ^{0/0} Co 19 ^{0/0} Żelazotytanu (=Ca. 4 ^{0/0} Ti) III. 5,1 ^{0/0} Al reszta stopu Fe	8650 476	7800 632	Szybkość ochładzania 3 ^o C na 1 sek. 9200 344	8550 524	6850 48	8400 164	

Należy zaznaczyć, że również w składzie I został użyty żelazo-tytan, z którego obliczono podaną zawartość tytanu. Aluminium zawarty w żelazo-tytanie został również podany w składzie stopu.

Kobaltu dodaje się najlepiej w postaci znacznie tańszego żelazo-kobaltu, gdyż przy wytwarzaniu masowym uzyskuje się w ten sposób znacznie mniejsze koszty. Aczkolwiek żelazo-kobalt w wielu przypadkach prócz żelaza i kobaltu zawiera miedź, tak iż w ten sposób jeszcze około 5% tego składnika może znaleźć się w magnecie stałym, miedź nie obniża magnetycznych właściwości stopu według wynalazku, a nawet można przez to uzyskać pożądaną do wielu celów większą siłę koercyjną przy zawsze mniejszej remanencji. Zasadniczy warunek wytwarzania stopu według wynalazku, mianowicie, że dla osiągnięcia najkorzystniejszego BH_{max} potrzebne jest powolne chłodzenie przy hartowaniu, zostaje zachowany przy dodaniu miedzi w wymieniony wyżej sposób.

Ponadto tytułem przykładu z dziedziny budowy głośników należy wspomnieć, że magnes pierścieniowy o wielkości stosowanej w nowoczesnych głośnikach elektrodynamicznych i wykonany ze stopu, otrzymanego przez stopienie ze sobą około 16% *Ni*, 25% *Co*, 12,5% żelazo-tytanu (co wynosi około 3% tytanu) 6,8% *Al*, 2,5% *Cu* i żelaza, posiadał następujące wartości magnetyczne: B_{rem} 9000 gausów i H_{koerc} 470 oerstedów. Wymiary pierścienia wynosiły: średnica zewnętrzna 74 mm, średnica wewnętrzna 47 mm, grubość 37 mm.

Pierścień został odlany i następnie ogrzany ponownie do temperatury 1250° C, po czym był on ochładzany w piasku o temperaturze pokojowej w ciągu jednej minuty, a następnie w powietrzu w ciągu 4,75 minuty do temperatury około 650° C. Szybkość ochładzania, wynikająca z po-

wyższych danych, wynosiła średnio około 1,7° C/sek.

Inny pierścień o tych samych wymiarach, wykonany ze stopu otrzymanego przez stopienie ze sobą około 16% *Ni*, 25% *Co*, 20% żelazo-tytanu (co odpowiada około 4,5% *Ti*) 5% *Al* i żelaza z zanieczyszczeniami, był ochładzany — po ponownym ogrzaniu do temperatury około 1250° C — w powietrzu w ciągu 4 m i 10 sek do temperatury około 650° C. W tym przypadku szybkość ochładzania była równa około 2° C/sek. Po namagnesowaniu pierścienia wykazywał wartości następujące: B_{rem} — 8600 gausów i H_{koerc} — 500 oerstedów.

Jako przykład otrzymania wartości BH_{max} powyżej 2000000 należy wymienić ponadto przypadek następujący: sporządza się stop zawierający 16% *Ni*, 25% *Co*, 4,4% *Ti*, 7,3% *Al*, 1,5% *Cu* i żelazo z zanieczyszczeniami. Odlew z tego stopu ochładza się z szybkością około 3,5° C/sek od temperatury 1250° C do 600° C w powietrzu; po namagnesowaniu wykazuje on remanencję $B_{rem} = 7700$ gausów i siłę koercyjną $H_{koerc} = 830$ oerstedów czyli $BH_{max} = 2,16 \times 10^6$.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób obróbki cieplnej tworzywa służącego do wyrobu magnesów stałych, znamienny tym, że w celu uzyskania wartości BH_{max} równej co najmniej 1500000 stop żelaza, który obok zanieczyszczeń zawiera 13 — 22% niklu, 8 — 30% kobaltu, 0,5 — 8% tytanu i 4 — 11,5% aluminium, ochładza się bądź bezpośrednio ze stanu ciekłego, bądź po ponownym ogrzaniu odlew do wysokiej temperatury, ze średnią szybkością zależną od chemicznego składu, a równą co najwyżej 8° C/sek w zakresie temperatur pomiędzy 950° C i punktem topnienia do około 650° C, po czym dalsze ochładzanie stopu do temperatury pokojo-

wej prowadzi się w sposób dowolny, np. w powietrzu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-ny tym, że stop odpuszcza się do tempe-ratury około 600 — 700° C, a następnie ochładza się do temperatury pokojowej w sposób dowolny, np. w powietrzu.

3. Sposób wytwarzania stopu podda-wanego obróbce termicznej według zastrz.

1 — 2, znamien-ny tym, że tytanu dodaje się do stopu w postaci żelazo-tytanu o ta-kiej zawartości krzemu, aby otrzymany stop zawierał mniej niż 1% krzemu.

N. V. Philips'
Gloeilampenfabrieken
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy