PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

293 222

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. : [7]
H 01 F 41/02
H 01 F 1/153
H 01 F 27/24

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA

ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1997-3372**
(22) Přihlášeno: **23.10.1997**
(30) Právo přednosti: **25.10.1996 FR 1996/9612996**
(40) Zveřejněno: **13.01.1999**
(Věstník č: 01/1999)
(47) Uděleno: **12.01.04**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **17.03.2004**
(Věstník č: 3/2004)

(73) Majitel patentu:
MECAGIS, Puteaux, FR

(72) Původce:
Verin Philippe, Sauvigny-lés Bois, FR
Couderchon Georges, Sauvigny-lés-Bois, FR

(74) Zástupce:
Andera Jiří Ing., Nad Štolou 12, Praha 7, 17000

(54) Název vynálezu:
Způsob výroby magnetického jádra vyrobeného z nanokrystalického magneticky měkkého materiálu

(57) Anotace:
Způsob výroby nejméně jednoho magnetického jádra z magneticky měkké slitiny na bázi železa spočívá v tom, že se z magnetické slitiny vyrobí amorfní páska, stanoví se žíhací teplota Tm, která vede v pásku k maximální permeabilitě, z pásku se vyrobí nejméně jeden polotovar jádra a tento polotovar se podrobí nejméně jednomu žíhání, které se provádí při teplotě T, která leží mezi Tm + 10 °C až Tm + 50 °CC a tato teplota se udržuje po dobu t 0,1 až 10 hodin, aby se vytvořily nanokrystaly.

CZ 293222 B6

Způsob výroby magnetického jádra vyrobeného z nanokrystalického magneticky měkkého materiálu

Oblast techniky

Předložený vynález se týká nanokrystalických magnetických materiálů určených zejména pro výrobu magnetických obvodů pro elektrické přístroje.

Dosavadní stav techniky

Nanokrystalické magnetické materiály jsou velmi dobře známé a byly popsány zejména v evropských patentových přihláškách EP 0,271 657, a EP 0,299 498. Toto jsou slitiny na bázi železa obsahující více než 60 % at. (atomová %) železa, měď, křemík, bor a případně nejméně jeden prvek zvolený z niobu, wolframu, tantalu, zirkonu, hafnia, titanu a molybdenu, které jsou odlity ve formě amorfních pásků a potom jsou podrobeny tepelnému zpracování, které způsobí, že nastane výjimečně jemná krystalizace (krystaly mají průměr menší než 100 nanometrů). Tyto materiály mají magnetické vlastnosti, které jsou zejména vhodné pro výrobu magneticky měkkých jader pro elektrické technické přístroje, jako jsou přerušovače zbytkového proudu. Zejména mají výbornou magnetickou permeabilitu a mají jak širokou hysterézní smyčku ($Br/Bm \geq 0,5$), tak úzkou hysterézní smyčku ($Br/Bm \leq 0,3$), kde Br/Bm je poměr remanentní magnetické indukce a maximální magnetické indukce. Široké hysterézní smyčky se dosáhnou, jestliže tepelné zpracování sestává z jediného žíhání při teplotě okolo 500 °C. Úzké hysterézní smyčky se dosáhnou, jestliže tepelné zpracování sestává z nejméně jednoho žíhání v magnetickém poli, přičemž toto žíhání může být žíhání určené k dosažení nanokrystalické formy.

Materiály, jejichž hysterézní křivka je široká, mohou mít velmi vysokou magnetickou parmebealitu, i větší než je permeabilita obvyklých slitin typu permalloy. Tato velmi vysoká magnetická permeabilita je činí zejména vhodné pro výrobu magnetických jader pro přerušovače zbytkových proudů různých kmitočtů, tj. těch, které jsou citlivé na střídavé poruchové proudy. Avšak, aby je bylo možno použít pro tento účel, musí být uspokojivé magnetické vlastnosti jader dostatečně reprodukovatelné při výrobě ve velkém objemu.

Aby bylo možno vyrobit magnetická jádra pro přerušovače zbytkových střídavých proudů různých kmitočtů ve velkém objemu, použije se pásek z amorfní magnetické slitiny vhodný pro získání nanokrystalické struktury. Řada anuloidů v podstatě pravoúhlého průřezu je vyrobeno navinutím pásku určité délky okolo jádra a bodovým svařením. Takto vyrobený anuloid je pak podroben žíhání, aby se vytvořily nanokrystaly a následkem toho se dosáhly požadované magnetické vlastnosti. Teplota žíhání, která leží v oblasti 500 °C se zvolí tak, aby slitina měla maximální magnetickou permeabilitu. Takto získaná magnetická jádra jsou určena pro získání cívek, ve kterých vznikají mechanická pnutí, která zhoršují magnetické vlastnosti jader. Aby se omezily následky pnutí cívek, anuloidy jsou umístěny v ochranném pouzdru uvnitř kterého jsou zaklínovány, například pěnovými podložkami. Avšak toto zaklínování anuloidů v jejich pouzdru jako takové, indukuje malá pnutí, která jsou škodlivá pro výborné magnetické vlastnosti vyvíjené v jádru. Použití ochranného pouzdra, i když účinného, není vždy dostatečné a po navinutí se vlastnosti zařízení získané při průmyslové výrobě zhorší a příliš rozptýlí, aby byly ještě přijatelné pro zde uvedený účel.

Úkolem předloženého vynálezu je odstranit tyto nedostatky navržením prostředků pro výrobu magnetických jader vyrobených ve velkém objemu z nanokrystalického materiálu a majících jak magnetickou permeabilitu (relativní permeabilitu pro maximální impedanci při 50 Hz) větší než 400,000, tak širokou hysterézní smyčku takovým způsobem, aby rozptyl jejich magnetických

vlastností byl slučitelný s použitím při výrobě velkého objemu přerušovačů zbytkových střídavých proudů různých kmitočtů.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu je tedy způsob výroby nejméně jednoho magnetického jádra vyrobeného z magneticky měkké slitiny na bázi železa mající nanokrystalickou strukturu spočívající v tom, že se ze slitiny vyrobí amorfní pásek, stanoví se žíhací teplota Tm, při které se v případě pásku dosáhne maximální magnetická PERMEABILITA, z pásku se vyrobí nejméně jeden plotovar jádra a nejméně jeden polotovar jádra se podrobí nejméně jednomu žíhání prováděnému při teplotě T ležící mezi Tm + 10 °C a Tm + 50 °C a s výhodou mezi Tm + 20 °C a Tm + 40 °C, tato teplota se udržuje po dobu t, která je od 0,1 do 10 hodin a s výhodou 0,5 až 5 hodin, až se vytvoří nanokrystaly. Nejméně jedno žíhání se může provádět v magnetickém poli.

Tento způsob je možno použít pro všechny magneticky měkké slitiny na bázi železa schopné tvořit nanokrystalickou strukturu a zejména pro ty slitiny, jejíž chemické složení obsahuje, v % at.:

$Fe \geq 60\ \%$
$0{,}5\ \% \leq Cu \leq 1{,}5\ \%$
$5\ \% \leq B \leq 14\ \%$
$5\ \% \leq Si + B \leq 30\ \%$
$2\ \% \leq Nb \leq 4\ \%$

Příklady provedení vynálezu

Způsob podle předloženého vynálezu bude dále popsán podrobněji, ale ne omezujícím způsobem, pomocí příkladů.

Pro výrobu magnetických jader pro přerušovače zbytkových střídavých proudů různých kmitočtů (citlivé na střídavý poruchový proud) ve velkém objemu se použije pásek vyrobený z magnetické slitiny mající amorfní strukturu, tato slitina může mít nanokrystalickou strukturu a obsahuje hlavně železo v obsahu větším než 60 %at, a dále obsahuje:

- od 0,1 do 3 % at. a s výhodou 0,5 až 1,5 % at. mědi,

- od 0,1 do 30 % at. a s výhodou od 2 do 5 % at. nejméně jednoho prvku vybraného ze skupiny obsahující niob, wolfram, tantal, zirkon, hafnium, titan a molybden, s výhodou je obsah niobu 2 až 4 % at.,

- křemík a bor, součet obsahu těchto prvků je 5 až 30 % at. a s výhodou 15 až 25 % at., a je možno, aby byl obsah boru až 25 % at. a s výhodou je 5 až 14 % at. a obsahu křemíku dosáhne asi 30 % at., s výhodou 12 až 17 % at.

Chemické složení slitiny může také obsahovat malá množství nečistot ze suroviny nebo vzniklých během tavení.

Amorfní pásek se vyrobí o sobě známým způsobem velmi rychlým tuhnutím tekuté slitiny. Polotovary magnetického jádra jsou také vyrobeny o sobě známým způsobem navinutím pásku okolo jádra, jeho odříznutím a upevněním jeho konce použitím bodového svařování, aby se získal malý anuloid pravoúhlého průřezu. Polotovary musí být podrobeny tepelnému zpracování

žíháním, aby se vytvořily nanokrystaly o velikosti méně než 100 nanometrů vysrážené v amorfní základní hmotě.

Protože původci neočekávaně zjistili, že účinek podmínek žíhání na magnetické vlastnosti jader závisí nejen na chemickém složení slitiny, ale také na něčem neovladatelném, na určitých výrobních podmínkách každé pásky jednotlivě, teplota Tm, která pro žíhání po určenou dobu vede k maximální magnetické permeabilitě a kterou je možno získat v anuloidu vyrobeném z pásku, se stanoví dříve než se provede žíhání. Tato teplota Tm je pro každou pásku jiná a je proto stanovená pro každou pásku zkouškami, které odborníci znají a umějí provádět.

Po stanovení teploty Tm se provede žíhání při teplotě T ležící mezi Tm + 10 °C a Tm + 50 °C a s výhodou mezi Tm + 20 °C a Tm + 40 °C, po dobu 0,1 až 10 hodin a s výhodou 0,5 až 5 hodin.

Teplota a doba jsou dva částečně rovnocenné parametry pro nastavení podmínek žíhání. Avšak změny v žíhací teplotě mají mnohem větší účinek než změny v době trvání žíhání, zejména v krajních polohách přípustného rozsahu žíhacích teplot. Proto je teplota poměrně široký parametr pro nastavení podmínek žíhání, doba žíhání je pak jemný parametr pro nastavení podmínek žíhání.

Určité podmínky tepelného zpracování jsou stanoveny na základě použití, pro které je magnetické jádro určeno.

Po tepelném zpracování je každé jádro umístěno v ochranném pouzdru, ve kterém je zaklínováno, například za použití pěnových podložek. Pro některá použití může být každé jádro zapouzdřeno v pryskyřici.

Protože žíhací teplota není rovná Tm, magnetická permeabilita jader není maximální. Avšak původci zjistili, že tímto postupem je možno získat, dostatečně spolehlivě, magnetickou permeabilitu větší než 400,000. Také zjistili, že takto získaná magnetická jádra se dobře hodí pro výrobu přerušovačů zbytkových proudů ve velkém objemu a že zejména jsou méně citlivá k účinku pnutí vznikajících při navíjení.

Jako příklad byly vyrobeny tři vzorky A, B a C 200 geometricky stejných anuloidových magnetických jader (vnitřní průměr I.D. = 11 mm, vnější průměr O.D. = 15 mm, výška = 10 mm) které se vzájemně porovnávaly. Tři vzorky byly vyrobeny ze slitiny $Fe_{73}Cu_1Nb_3Si_{15}B_8$ (v %at), odlity ve formě amorfní pásky o tloušťce 22 μm. Po vyrobení polotovarů magnetického jádra, byla stanovena teplota Tm, a to na 500 °C po dobu jedné hodiny. Vzorky A byly žíhány při 505 °C (Tm + 5 °C) po dobu jedné hodiny podle známého stavu techniky, vzorky B byly žíhány při 530 °C (Tm + 30 °C) po dobu 3 hodin, podle předloženého vynálezu a vzorky C byly žíhány při 555 °C (Tm + 55 °C) po dobu 3 hodin pro porovnání. Pro každý soubor vzorků byla stanovena průměrná a standardní odchylka hodnot magnetické permeability, jednak pro holá jádra a jednak pro zapouzdřená jádra, tj. ta jádra vystavená lehkým pnutím následkem zaklínování anuloidu v pouzdru. Výsledky všech měření byly následující (ve třech případech, poměr Br/Bm byl asi 0,5):

	Holé jádro		Zapouzdřené jádro	
	průměrná odchylka	standardní odchylka	průměrná odchylka	standardní odchylka
A	550,000	100,000	480,000	120,000
B	490,000	70,000	490,000	70,000
C	360,000	70,000	360,000	70,000

Tyto výsledky ukazují, že na rozdíl od toho co bylo zjištěno s ohledem na vzorky A, průměrné hodnoty magnetické permeability pro jádra vzorků B jsou stěží ovlivněny umístěním jádra do pouzdra a pnutím, které tímto zapouzdřením vzniká. Totéž platí pro vzorky C. Na druhé straně, i když jsou průměrné magnetické permeability zapouzdřených magnetických jader vzorků A a B podobné, průměrné hodnoty magnetické permeability zapouzdřených magnetických jader vzorků C jsou podstatně nižší.

Je také zřejmé, že standardní odchylky hodnot magnetické permeability magnetických jader ať již zapouzdřených, nebo nezapouzdřených vzorků B a C jsou nižší než standardní odchylky hodnot magnetické permeability magnetických jader ať již zapouzdřených, nebo nezapouzdřených vzorků A. Rozdíl mezi vzorky A a B se opírá o skutečnost, že magnetická jádra ze vzorků B jsou méně citlivá na mechanická pnutí než magnetická jádra ze vzorků A. Magnetická jádra ze vzorků C jsou, a priori, méně citlivá na mechanická pnutí než magnetická jádra ze vzorků B, ale vykazují permeabilitu, která je neslučitelná s použitím.

Výsledkem rozdílů mezi průměry na jedné straně a standardními odchylkami na straně druhé, asi 23 % jader ze vzorků A a asi 80 % jader ze vzorků C má magnetickou permeabilitu menší než 400,000, zatímco pouze 13 % jader ze vzorků B má magnetickou permeabilitu menší než 400,000.

Dále, protože je rozptyl v magnetických vlastnostech jader ze vzorků B je menší než jader ze vzorků A a protože citlivost těchto vlastností na mechanická pnutí je menší pro vzorky B než pro vzorky A, magnetická jádra ze vzorků B se velmi hodí, po navinutí, pro použití u přerušovačů zbytkových střídavých proudů různých kmitočtů, zatímco jádra ze vzorků A nejsou tak spolehlivá. I když jsou teoreticky méně citlivá na mechanická pnutí než jádra ze vzorků B, magnetická jádra ze vzorků C nejsou vhodná pro přerušovače zbytkových střídavých proudů různých kmitočtů, zejména protože nemají dostatečně vysokou magnetickou permeabilitu.

Pro některá použití (např. přerušovače zbytkových střídavých proudů různých kmitočtů), je nutno použít magnetická jádra, která mají úzké hysterézní smyčky. Tato jádra lze vyrábět provedením alespoň jednoho žíhání v magnetickém poli. Žíhání v magnetickém poli může být buď žíhání shora popsané a které je určeno k tomu, aby se vysrážely nanokrystaly, nebo další žíhání prováděné mezi 350 a 550 °C. Takto získaná jádra mají stejným způsobem velmi sníženou citlivost na mechanická pnutí a tím zvýšenou spolehlivost při výrobě velkých objemů.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby nejméně jednoho magnetického jádra vyrobeného z magneticky měkké slitiny na bázi železa, mající nanokrystalickou strukturu, **vyznačený tím**, že se z magnetické slitiny vyrobí amorfní pásek, stanoví se žíhací teplota Tm, která vede k maximální magnetické permeabilitě pásku, z pásku se vyrobí nejméně jeden polotovar jádra a nejméně jeden polotovar jádra se podrobí nejméně jednomu žíhání, kde toto žíhání se provádí při teplotě T ležící mezi Tm + 10 °C a Tm + 50 °C a tato teplota se udržuje po dobu t mezi 0,1 až 10 hodin, pro vytvoření nanokrystalů.

2. Způsob podle nároku 1, **vyznačený tím**, že doba po kterou se udržuje teplota je 0,5 až 5 hodin.

3. Způsob podle nároku 1, **vyznačený tím**, že žíhací teplota T je Tm + 20 °C až Tm + 40 °C.

4. Způsob podle některého nároků 1 až 3, **vyznačený tím**, že chemické složení magneticky měkké slitiny na bázi železa obsahuje v % at.:

Fe ≥ 60 %
0,1 % ≤ Cu ≤ 3 %
0 % ≤ B ≤ 25 %
0 % ≤ Si ≤ 30 %

- nejméně jeden prvek zvolený ze skupiny obsahující niob, wolfram, tantal, zirkon, hafnium, titan a molybden o obsahu 0,1 % až 30 %, zbytek jsou nečistoty z tavení a složení dále musí splňovat následující vztah: 5 % ≤ Si + B ≤ 30 %.

5. Způsob podle nároku 4, **vyznačený tím**, že chemické složení magneticky měkké slitiny na bázi železa je takové, že:

5 % ≤ Si + B ≤ 25 %.

6. Způsob podle nároku 4, **vyznačený tím**, že chemické složení magneticky měkké slitiny na bázi železa je takové, že:

0,5 % ≤ Cu ≤ 1,5 %.

7. Způsob podle nároku 4, **vyznačený tím**, že magneticky měkká slitina na bázi železa obsahuje nejméně jeden prvek zvolený ze skupiny obsahující niob, wolfram, tantal, zirkon, hafnium, titan a molybden v množství 2 % až 5 %.

8. Způsob podle nároku 4, **vyznačený tím**, že chemické složení magneticky měkké slitiny na bázi železa je takové, že:

12 % ≤ Si ≤ 17 %.

9. Způsob podle nároku 8, **vyznačený tím**, že chemické složení magneticky měkké slitiny na bázi železa je takové, že:

0,5 ≤ Cu ≤ 1,5 %
5 % ≤ B ≤ 14 %
15 % ≤ Si + B ≤ 25 %

a slitina obsahuje ještě nejméně jeden prvek zvolený ze skupiny obsahující niob, wolfram, tantal, zirkon, hafnium, titan a molybden v množství 2 % až 4 %.

10. Způsob podle nároku 1, **vyznačený tím**, že nejméně jedno žíhání se provádí v magnetickém poli.

Konec dokumentu