



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

261867

(11) (B2)

[51] Int. Cl.⁴
C 21 D 6/02

[22] Přihlášeno 27 04 84

[21] (PV 3176-84)

[32] [31] [33] Právo přednosti od 29 04 83
[1472/83] Maďarská lidová republika

[40] Zveřejněno 15 07 88

[45] Vydáno 15 07 89

(72)

Autor vynálezu

FIGIN VJACSESZLÁV dr. ing., KOCSÓ ILLÉS dr. ing., BUDAPEST,
SZTANKÓ ÉVA ing., MAGLÓD (MLR)

(73)

Majitel patentu

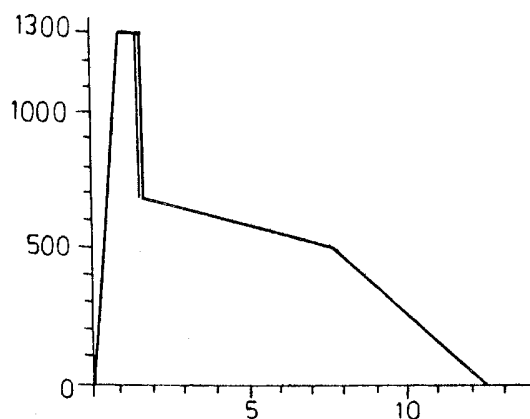
VASIPARI KUTATÓ ÉS FEJLESZTŐ VÁLLALAT, BUDAPEST (MLR)

(54) Způsob tepelného zpracování anizotropních, precipitačně vytvrzovaných slitin na trvalé magnety

1

Materiál se homogenizuje při teplotě 1 200 až 1 300 °C, rychle se ochladí a popouští, případně se mezi homogenizací a popouštěním izotermicky tepelně zpracovává v magnetickém poli při 800 až 850 °C. Popouštění během ochlazování z homogenizační teploty se provádí spojitě ochlazením z 650 až 700 °C rychlostí 20 až 50 °C/hod. v peci, ochlazení mezi homogenizační teplotou a horní hranicí teplotního rozmezí popouštění se provádí vzduchem nebo ochranným plynem v magnetickém poli.

2



Obr. 1

Vynález se týká způsobu tepelného zpracování anizotropních, precipitačně vytvrzovaných slitin na trvalé magnety, při němž se materiál v teplotním rozmezí jednofázového roztoku mezi 1 200 až 1 300 °C homogenizuje, pak rychle ochladí a poté popouští, přičemž případně mezi homogenizováním a popouštěním se při teplotě 800 až 850 °C provádí izotermické tepelné zpracování v magnetickém poli.

Je známo, že magnetické slitiny lze na základě jejich demagnetizačních křivek rozdělit na dvě skupiny, a to na magneticky měkké slitiny a magneticky tvrdé slitiny nebo trvalé magnety. K magneticky tvrdým slitinám vytvrzovaným precipitačně a používaným nejčastěji patří slitiny známé pod označením Alnico a Ticonal.

V takových slitinách na trvalé magnety na bázi Fe-Ni-Co-Al bylo možno až dosud zajistit nejlepší magnetické vlastnosti tepelným zpracováním, během něhož se materiál žíhal ve vzduchu nebo atmosféře ochranného plynu při teplotě 1 200 až 1 300 stupňů Celsia v teplotním rozmezí jednofázového roztoku (fáze α) za účelem homogenizace a potom se k zamezení vylučování fáze γ rychle ochladil až na okolní teplotu, přičemž v teplotním rozmezí, kdy kov neobsahoval fázi γ a které bylo závislé na složení slitiny, se provádělo zpracování v magnetickém poli po dobu asi 10 minut. U slitin s vysokým obsahem kobaltu probíhalo toto zpracování při konstantní teplotě a slitiny s nízkým obsahem kobaltu se jednoduše ochlazovaly v magnetickém poli.

Během rozpadu, probíhajícího v magnetickém poli, vznikají z fáze α fáze α_1 a α_2 , z nichž feromagnetická fáze α_1 se orientuje ve směru vnějšího magnetického pole. Posledním stupněm tepelného zpracování je popouštění, během kterého až do dosažení konečného složení probíhají změny parametrů mřížky a mikrosložení mezi fázemi α_1 a α_2 .

Popouštění se obecně provádí v několika stupních po dobu asi 25 až 40 hodin.

Základní nevýhodou popsaného tepelného zpracování je kroměbyčejně dlouhá doba popouštění a okolnost, že pro různé typy slitiny se musí použít různé programy popouštění, které velice ztěžují teplotní regulaci pece. Mimoto nelze magnetické vlastnosti ve většině všech případů reprodukovat. Teplota prvního stupně popouštění, které probíhá v několika stupních, se totiž musí velice přesně dodržovat, protože už posunutí o několik stupňů má za následek posunutí magnetických parametrů.

Účelem vynálezu je odstranit tyto nevýhody a vypracovat technologii tepelného zpracování, která by byla rychlejší, hospodárnější a jednodušší než dosavadní způsob, přičemž výsledky dosažené tímto způsobem mají být reprodukovatelné a umožňovat řízení a zlepšení magnetických parametrů.

Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že popouštění během ochlazování materiálu z homogenizační teploty se provádí spojitě tak, že materiál se chladí z teploty 650 až 700 °C na teplotu 500 °C rychlostí 20 až 50 °C/hod. v peci a ochlazování mezi homogenizační teplotou a horní hranicí teplotního rozmezí popouštění se provádí vzduchem nebo ochranným plynem v magnetickém poli. Na homogenizační teplotu se materiál s výhodou ohřívá současně s pecí. Tepelné zpracování může probíhat v atmosféře vzduchu nebo ochranného plynu. Délku doby, po kterou se materiál udržuje na dané teplotě, je třeba určit podle rozměru zpracovávaných obrobků.

Ochlazování z homogenizační teploty na horní hranici teplotního rozmezí popouštění se má účelně provádět rychlostí 20 až 150 °C za minutu. Kryž se provádí i izotermické zpracování, probíhá ochlazování mezi homogenizační teplotou a izotermickým zpracováním rychlostí 80 až 140 °C za minutu. Mezi izotermickým zpracováním a horní hranicí teplotního rozmezí popouštění je rychlost chlazení materiálu s výhodou 60 až 100 stupňů Celsia za minutu.

Pod spodní hranici teplotního rozmezí popouštění je rychlost chlazení 100 až 120 °C za hodinu.

Podle vynálezu lze tedy provést popouštění anizotropních precipitačně vytvrzovaných slitin na trvalé magnety během 3 až 8 hodin.

Vynález spočívá na poznatku, že v případě, když rozpad během prvního stadia popouštění probíhá při teplotě 650 až 700 °C v magnetickém poli při rychlosti ochlazování 60 °C za minutu, nezbytné k úplnému dokončení pochodu, je možné zkrátit dobu popouštění ve druhém stadiu rozpadu. Ochlazování z homogenizační teploty na horní hranici teplotního rozmezí popouštění probíhá při současném působení magnetického pole a není tedy nutný stejnoměrný příjem tepla v celém objemu obrobků na začátku tepelného zpracování; proto může odpadnout použití solných a kovových lázní při izotermickém tepelném zpracování v magnetickém poli.

Podrobnosti vynálezu budou vysvětleny v následujících příkladech v souvislosti s výkresy, kde značí obr. 1 diagram tepelného zpracování slitiny Alnico způsobem podle vynálezu, obr. 2 diagram obvyklého tepelného zpracování těžké slitiny, obr. 3 diagram tepelného zpracování slitiny Alnico, vyrobené technologií práškové metalurgie, obr. 4 diagram obvyklého tepelného zpracování téhož materiálu, obr. 5 diagram tepelného zpracování slitiny Ticonal způsobem podle vynálezu, obr. 6 diagram běžného tepelného zpracování stejné slitiny, obr. 7 diagram tepelného zpracování slitiny Ticonal vyrobené práškovou metalurgií a obr. 8 diagram obvyklého tepelného zpracování tohoto materiálu.

Příklad 1

Byla vyrobena slitina Alnico s nízkým obsahem kobaltu, která měla toto složení: (v procentech hmotnosti)

hliník — 8 %
nikl — 14 %
kobalt — 24 %
měď — 3 %
niob — 1 %
železo zbytek

Šarže byla roztavena v indukční peci a po stažení strusky a přídavné desoxidaci byla odlita.

Za účelem homogenizace byly tři vzorky podrobeny při teplotě 1300 °C po dobu 30 minut ve vzduchové atmosféře tepelnému zpracování. Potom byly vzorky ochlazen v magnetickém poli proudem vzduchu při rychlosti 50 °C za minutu na teplotu 650 °C. Během následujícího popouštění se provádělo spojitě ochlazování z 650 °C na 500 °C. Rychlost ochlazování byla 30 °C za hodinu. Od 500 °C byl materiál chlazen v peci při rychlosti 100 °C za minutu až do okolní teploty. Tepelné zpracování je znázorněno na diagramu na obr. 1.

Průměrná magnetická energie zpracovaného materiálu byla 42,4 kJ · m⁻³.

Příklad 2

Způsobem popsaným v příkladu 1 byly vyrobeny vzorky stejného složení, které však byly podrobeny obvyklému tepelnému zpracování.

Homogenizace se prováděla při teplotě 1300 °C po dobu 30 minut a potom se materiál chladil z 900 na 600 °C v magnetickém poli. Pak následovalo několikastupňové popouštění. V první fázi popouštění byl materiál udržován na stejné teplotě, potom byl materiál ve druhém stupni popouštění udržován po dobu 24 hodin na teplotě 550 °C a potom ochlazen na okolní teplotu. Ochlazování probíhalo společně s chladnutím pece.

Průměrná magnetická energie materiálu byla 40,4 kJ · m⁻³. Průběh tepelného zpracování znázorňuje diagram na obr. 2.

Příklad 3

Materiál uvedený v příkladu 1 byl vyroben technikou práškové metalurgie. Materiál byl homogenizován při teplotě 1300 °C po dobu 30 minut v atmosféře ochranného plynu a potom ochlazen v magnetickém poli v atmosféře ochranného plynu na 650 °C rychlostí ochlazování 50 °C za minutu. Od této teploty pak bylo prováděno popouštění s rychlostí chlazení 50 °C za hodinu spojitě na teplotu 500 °C.

Následující ochlazení na okolní teplotu probíhalo současně s chladnutím pece, při-

čemž rychlost chlazení byla 100 °C/hod. Způsob tepelného zpracování ukazuje obr. 3. Průměrná magnetická energie zpracované slitiny byla 41,6 kJ · m⁻³.

Příklad 4

Byly vyrobeny vzorky ze slitiny složení podle příkladu 3, připravené stejným způsobem. Vzorky pak byly podrobeny podle běžné technologie tepelnému zpracování, přičemž homogenizování probíhalo při teplotě 1300 °C po dobu 30 minut. Potom byl materiál ochlazen na okolní teplotu analogicky jako v příkladu 2, načež se provádělo několikastupňové popouštění. Během popouštění byl materiál v prvním stupni udržován po dobu 6 hodin na teplotě 650 °C a ve druhém stupni probíhalo tepelné zpracování při teplotě 550 °C po dobu 24 hodin. Poté byl materiál znovu ochlazen společně s pecí na okolní teplotu. Tepelné zpracování je znázorněno v diagramu na obr. 4. Průměrná magnetická energie materiálu byla 38,4 kJ · m⁻³.

Příklad 5

Byla vyrobena slitina s vysokým obsahem kobaltu (Ticonal), která měla v procentech hmotnosti toto složení:

titan — 6,0 %
hliník — 7,5 %
kobalt — 35,0 %
měď — 3,5 %
niob — 0,5 %
nikl — 15,0 %
železo zbytek

Šarže byla analogicky jako v příkladu 1 roztavena a odlita a zkušební vzorky pak byly zpracovány tímto způsobem:

Homogenizační teplota byla 1250 °C a doba homogenizace 30 minut. Poté byl materiál ochlazen na teplotu 810 °C v proudě vzduchu a v magnetickém poli rychlostí chlazení 100 °C za minutu.

Při 810 °C pak byly vzorky rovněž v magnetickém poli ponechány asi 10 minut, načež v magnetickém poli pokračovalo chlazení při rychlosti 80 °C za minutu až na teplotu 650 °C. Od této teploty se pak provádělo při rychlosti chlazení 30 °C za hodinu spojitě popouštění až na teplotu 500 °C. Od teploty 500 °C pak byl materiál ochlazován společně s pecí rychlostí 100 °C za hodinu až na okolní teplotu. Průběh tepelného zpracování ukazuje diagram na obr. 5.

Průměrná magnetická energie zpracované slitiny byla 46,4 kJ · m⁻³.

Příklad 6

Způsobem uvedeným v příkladu 5 byly

vyrobeny zkušební vzorky stejného složení, které byly podrobeny tepelnému zpracování podle běžného způsobu, zakresleného na diagramu na obr. 6.

Homogenizování probíhalo při teplotě 1 250 °C po dobu 30 minut, načež byl materiál ochlazen v proudě vzduchu na 850 °C, vložen do solné lázně o teplotě 810 °C a zde udržován 10 minut v magnetickém poli. Po vyjmutí ze solné lázně byly vzorky na vzduchu ochlazeny na okolní teplotu a potom zahřáty na první teplotu popouštění. V prvním stupni probíhalo tepelné zpracování při teplotě 680 °C po dobu 2 hodin, teplota druhého stupně byla 650 °C a trvání bylo 4 hodiny, ve třetím stupni byla teplota 550 °C a popouštění trvalo 24 hodin. Materiál pak byl znovu ochlazen v solné lázni na okolní teplotu.

Průměrná magnetická energie zpracované slitiny byla 40 kJ . m⁻³.

Příklad 7

Zkušební vzorky se složením stejným jako v příkladu 5 byly vyrobeny technikou práškové metalurgie. Jejich zpracování probíhalo podle vynálezu způsobem znázorněným na diagramu na obr. 7.

Homogenizování při teplotě 1 250 °C trvalo 30 minut a po něm následovalo ochlazení v magnetickém poli s rychlostí 130 °C za minutu. Ochlazování probíhalo v proudě vzduchu až na teplotu 800 °C. Při této teplotě byl materiál udržován rovněž v magnetickém poli po dobu 10 minut, načež byl v peci a neustále v magnetickém poli dále ochlazen rychlostí 90 °C za minutu na teplotu 670 °C.

Spojité popouštění začalo při teplotě 650 stupňů Celsia a probíhalo s rychlostí ochlazování 40 °C za hodinu až do teploty 500 °C.

Po popouštění byl materiál ochlazen spolu s pecí na okolní teplotu při rychlosti ochlazování 110 °C za hodinu.

Po tomto tepelném zpracování byla průměrná magnetická energie slitiny 43,2 kJ . m⁻³.

Příklad 8

Zkušební vzorky vyrobené stejným způsobem a o stejném složení jako v příkladu 7 byly podrobeny obvyklému tepelnému zpracování. Nejprve byly udržovány po dobu 30 minut na teplotě 1 250 °C. Ochlazení na 850 stupňů Celsia probíhalo v proudě vzduchu a udržování teploty trvalo 10 minut a provádělo se v solné lázni v magnetickém poli. Potom byl materiál ochlazen vzduchem na okolní teplotu. Popouštění probíhalo způsobem popsáním v příkladu 6.

Průběh tepelného zpracování je zakreslen na obr. 8. Průměrná magnetická energie zpracované slitiny byla 39,4 kJ . m⁻³.

Na výkresech je zpracování v magnetickém poli znázorněno dvojí čarou.

Z uvedených příkladů je patrné, že při tepelném zpracování způsobem podle vynálezu lze dosáhnout lepších výsledků než při obvyklém zpracování, přičemž technologie je podstatně jednodušší, doba zpracování je kratší a celé zpracování je levnější. Při izotermickém tepelném zpracování v magnetickém poli není třeba solné ani kovové lázně, což rovněž zjednodušuje celý postup.

Při použití způsobu podle vynálezu lze spolehlivě reprodukovat výsledky a řídit a zlepšit magnetické vlastnosti slitin. K ilustraci této skutečnosti jsou v následující tabulce shrnuty výsledky, dosažené postupy uvedenými v jednotlivých příkladech.

T a b u l k a

	Ticonal (BH) max.		Alnico kJ . m ⁻³	
	po několikastupňovém spojitém popouštění		po několikastupňovém spojitém popouštění	
odlitek	40	46,4	40,4	42,4
výlisek prášk. metalurgie	39,4	43,2	38,4	41,6

Další velkou předností řešení podle vynálezu je to, že popouštění slitin na trvalé magnety s různým obsahem kobaltu lze provádět v podstatě stejným způsobem, což zna-

mená, že se podstatně zjednoduší teplotní regulace pece a tím se zvýší hospodárnost celého postupu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob tepelného zpracování anizotropních, precipitačně vytvrzovaných slitin na trvalé magnety, při němž se materiál v teplotním rozmezí jednofázového roztoku 1 200 až 1 300 °C homogenizuje, pak rychle ochladí a poté popouští, přičemž případně mezi homogenizováním a popouštěním se při teplotě 800 až 850 °C provádí izotermické tepelné zpracování v magnetickém poli, vyznačený tím, že popouštění během ochlazování materiálu z homogenizační teploty se provádí spojitě tak, že materiál se chladí z teploty 650 až 700 °C na teplotu 500 °C rychlostí 20 až 50 °C/hodinu v peci a ochlazování mezi homogenizační teplotou a horní hranicí teplotního rozmezí popouštění se provádí vzduchem nebo ochranným plynem v magnetickém poli.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že ochlazování mezi homogenizační teplotou a horní hranicí teplotního rozmezí popouštění se provádí rychlostí 20 až 150 °C/min.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačený tím, že ochlazování mezi homogenizační teplotou a izotermickým zpracováním se provádí rychlostí 80 až 140 °C/min.

4. Způsob podle bodu 3, vyznačený tím, že ochlazování mezi izotermickým zpracováním a horní hranicí teplotního rozmezí popouštění se provádí rychlostí 60 až 100 °C/min.

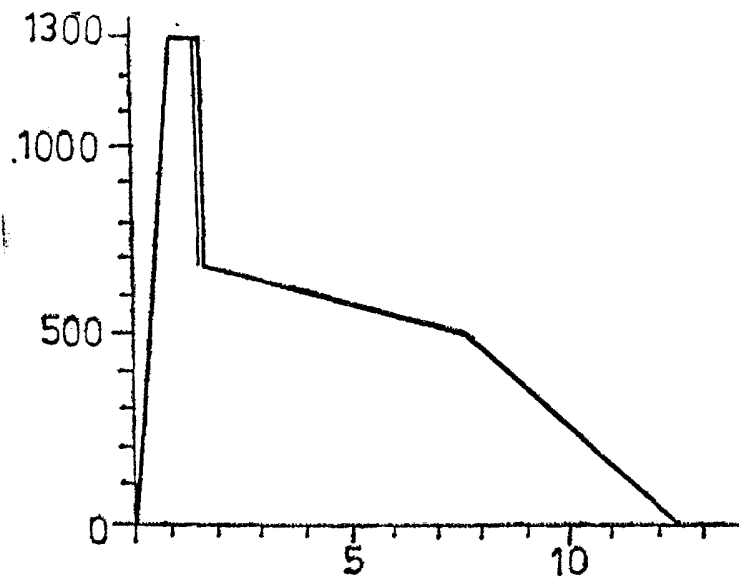
5. Způsob podle jednoho z bodů 1 až 4, vyznačený tím, že ochlazování pod spodní hranicí teplotního rozmezí popouštění se provádí rychlostí 100 až 120 °C/hod.

6. Způsob podle jednoho z bodů 1 až 5, vyznačený tím, že popouštění se provádí po dobu 3 až 8 hodin.

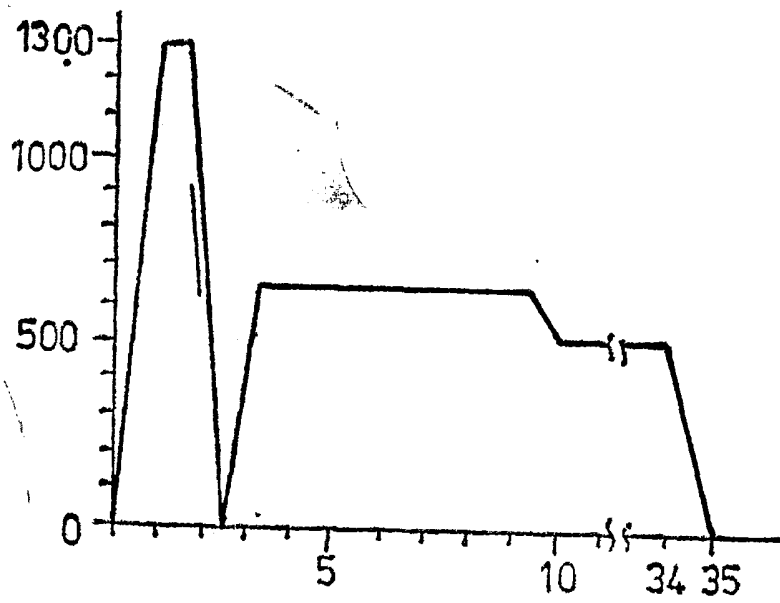
7. Způsob podle jednoho z bodů 1 až 6, vyznačený tím, že homogenizování a/nebo ochlazování se provádí v atmosféře ochranného plynu případně ochranným plynem.

4 listy výkresů

281867

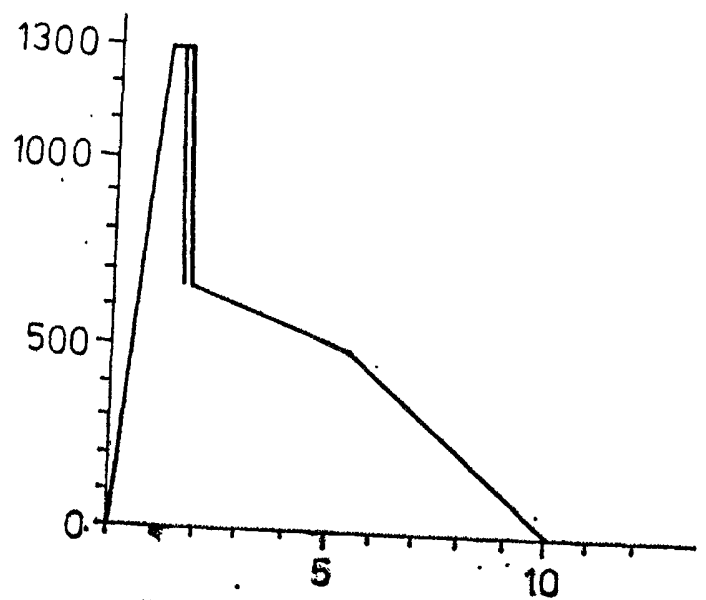


Obr. 1

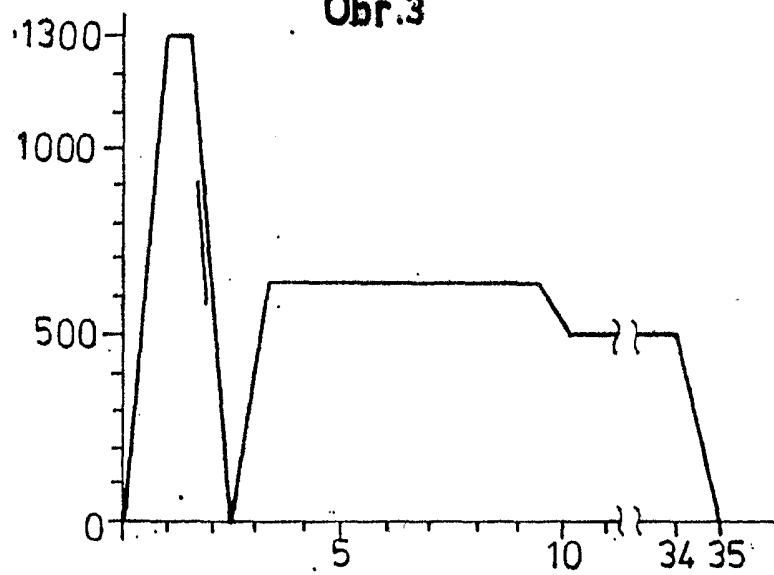


Obr. 2

261887

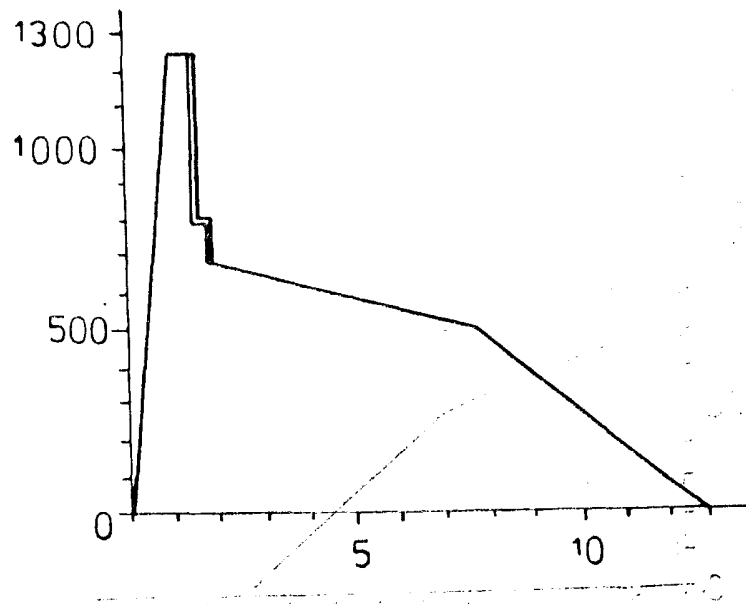


Obr. 3

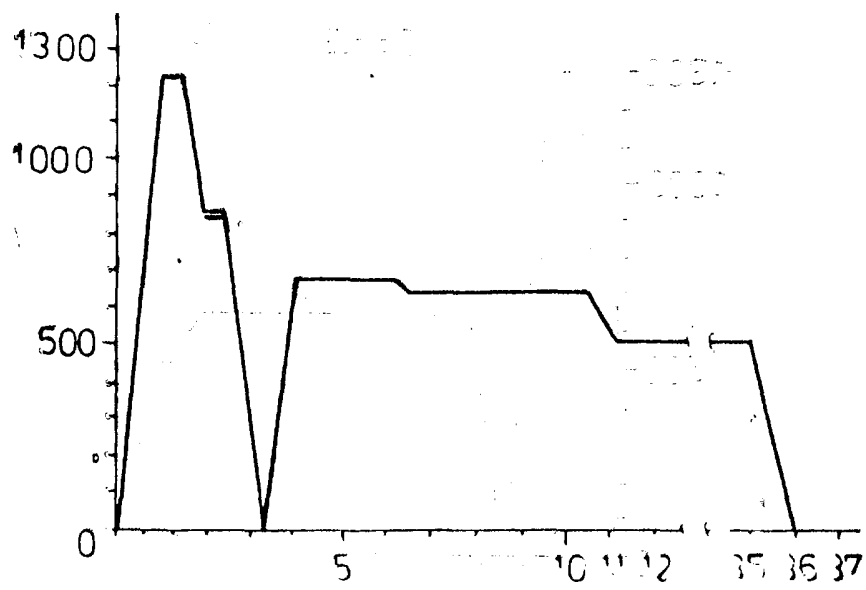


Obr. 4

261867

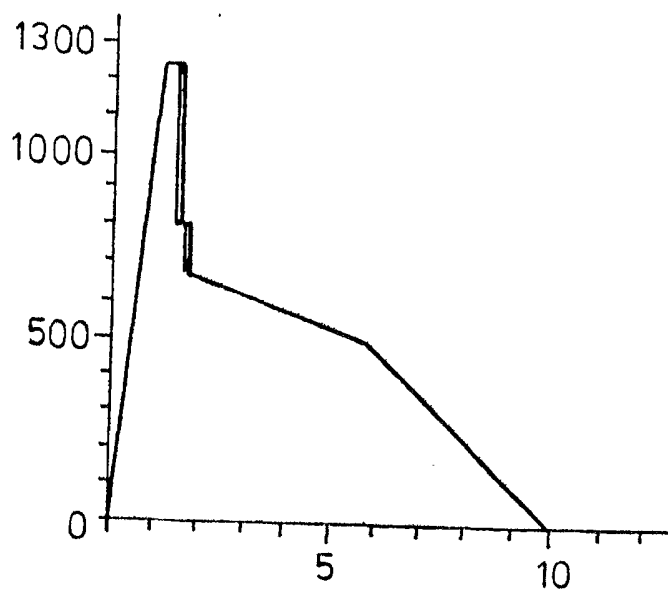


Obr. 5

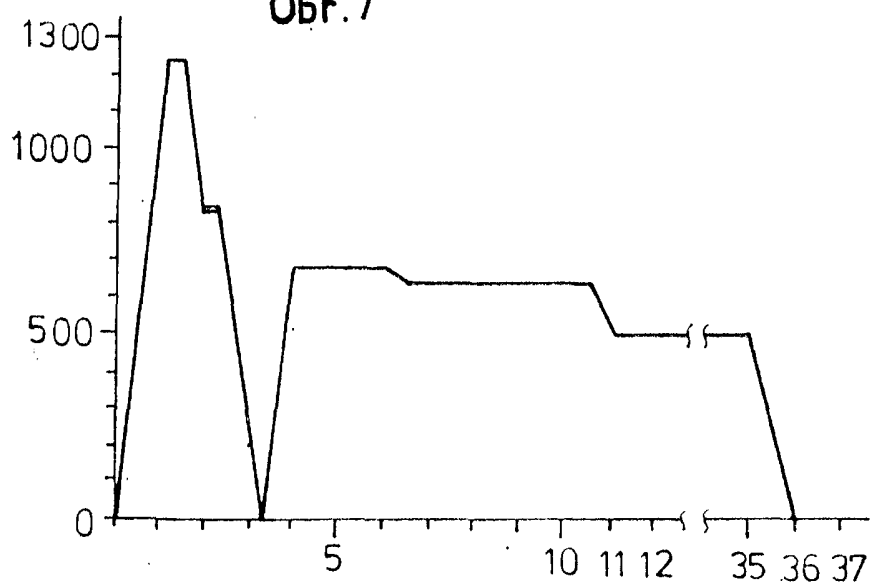


Obr. 6

261867



Obr. 7



Obr. 8