

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 1 082 733 B1**

(12)

## FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
**02.04.2003 Bulletin 2003/14**

(51) Int Cl.7: **H01F 1/057**, H01F 1/058,  
H01F 1/059, H01F 41/02

(21) Numéro de dépôt: **99922227.6**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR99/01234**

(22) Date de dépôt: **26.05.1999**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 99/062080 (02.12.1999 Gazette 1999/48)**

(54) **PROCEDE DE PREPARATION D'UN MATERIAU MAGNETIQUE PAR FORGEAGE ET MATERIAU  
MAGNETIQUE SOUS FORME DE POUDRE**

HERSTELLUNGSVERFAHREN FÜR EIN MAGNETMATERIAL DURCH SCHMIEDEN UND  
MAGNETMATERIAL IN PULVERFORM

METHOD FOR PREPARING A MAGNETIC MATERIAL BY FORGING AND MAGNETIC MATERIAL  
IN POWDER FORM

(84) Etats contractants désignés:  
**AT DE FI FR GB**

(74) Mandataire: **Schrimpf, Robert et al**  
**Cabinet Regimbeau,**  
**20, rue de Chazelles**  
**75847 Paris Cedex 17 (FR)**

(30) Priorité: **28.05.1998 FR 9806745**

(43) Date de publication de la demande:  
**14.03.2001 Bulletin 2001/11**

(56) Documents cités:  
**US-A- 5 516 371**

(73) Titulaire: **Santoku America, Inc.**  
**Tolleson, AZ 85353 (US)**

(72) Inventeurs:  
• **FRUCHART, Daniel**  
**F-38130 Echirolles (FR)**  
• **PERRIER DE LA BATHIE, René**  
**F-73250 Saint-Pierre-d'Albigny (FR)**  
• **RIVOIRARD, Sophie**  
**F-38250 Lans-en-Vercors (FR)**  
• **DE RANGO, Patricia**  
**F-38610 Gières (FR)**

- **HATCH G P ET AL: "UPSET FORGING OF AN  
AS-CAST PR-FE-B-CU ALLOY IN AIR" JOURNAL  
OF MAGNETISM AND MAGNETIC MATERIALS,**  
**vol. 157/158, 1 mai 1996 (1996-05-01), page 69/70**  
**XP000622626**
- **YANG J P ET AL: "A NEW METHOD FOR THE  
PREPARATION OF ANISOTROPIC  
ND-FE-B-BASED MAGNETS" IEEE**  
**TRANSACTIONS ON MAGNETICS, vol. 33, no. 5,**  
**PART 02, septembre 1997 (1997-09), pages**  
**3820-3822, XP000703228**
- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 017, no.**  
**579 (E-1451), 21 octobre 1993 (1993-10-21) & JP**  
**05 175027 A (AICHI STEEL WORKS LTD), 13**  
**juillet 1993 (1993-07-13)**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

**EP 1 082 733 B1**

## Description

**[0001]** La présente invention concerne la préparation d'un matériau magnétique par forgeage ainsi qu'un matériau magnétique sous forme de poudre.

**[0002]** Les aimants permanents à base de fer, de bore et de terres rares sont bien connus. Leur importance dans l'industrie électrique ou électronique est croissante.

**[0003]** Il existe deux types principaux de procédé de préparation de ces aimants. Le premier fait appel à la métallurgie des poudres pour la préparation d'aimants denses ou frittés.

**[0004]** Un autre procédé consiste à fondre un alliage puis à lui faire subir une trempe sur roue, à le recuire et à presser à chaud ou à enrober la poudre ainsi obtenue avec une résine ou un polymère. Ce procédé permet d'obtenir des aimants liés. La poudre et l'aimant obtenus par la mise en oeuvre de ce procédé sont le plus souvent isotropes. Pour obtenir une poudre ou un aimant anisotrope, il est actuellement nécessaire d'utiliser des procédés coûteux, à faible rendement ou dont les résultats sont insuffisants.

**[0005]** Il existe donc un besoin d'un procédé pour la production de produits anisotropes qui soit plus simple à mettre en oeuvre, éventuellement plus économique ou à rendement amélioré, et qui conduit à des produits à propriétés satisfaisantes voire améliorées.

**[0006]** L'objet de l'invention est la mise au point d'un tel procédé.

**[0007]** Dans ce but, le procédé de l'invention pour la préparation d'un matériau magnétique est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- on place dans une gaine un alliage à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'au moins un autre élément choisi parmi le bore et le carbone;
- on porte l'ensemble à une température d'au moins 500°C;
- on soumet l'ensemble à un forgeage avec une vitesse de déformation du matériau d'au moins  $8s^{-1}$ .

**[0008]** Selon une seconde variante, le procédé de l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- on place dans une gaine un alliage à base d'au moins une terre rare et d'au moins un métal de transition;
- on porte l'ensemble à une température d'au moins 500°C;
- on soumet l'ensemble à un forgeage avec une vitesse de déformation du matériau d'au moins  $8s^{-1}$ ;
- on soumet à un traitement de nitruration le produit issu du forgeage.

**[0009]** L'invention concerne aussi un matériau magnétique sous forme de poudre, caractérisé en ce qu'il présente une coercivité d'au moins 9kOe et une rémanence d'au moins 9kG.

**[0010]** D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention apparaîtront encore plus complètement à la lecture de la description qui va suivre, ainsi que des divers exemples concrets mais non limitatifs destinés à l'illustrer.

**[0011]** La présente invention s'applique, selon sa première variante, à la préparation de matériaux magnétiques à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'au moins un autre élément choisi parmi le bore et le carbone. Le procédé de l'invention part donc dans ce cas d'alliages présentant la composition requise pour obtenir le matériau souhaité. Cette composition peut être variable tant par la nature de ses constituants que par les proportions respectives de ceux-ci.

**[0012]** Il s'agit d'alliages comprenant au moins une terre rare et au moins un métal de transition et qui contiennent en outre au moins un autre élément choisi parmi le bore et le carbone. De tels alliages sont bien connus.

**[0013]** Par terres rares on entend, pour l'ensemble de la description, les éléments du groupe constitué par l'yttrium et les éléments de la classification périodique de numéro atomique compris inclusivement entre 57 et 71. La classification périodique des éléments à laquelle il est fait référence pour l'ensemble de la description est celle publiée dans le Supplément au Bulletin de la Société Chimique de France n° 1 (janvier 1966).

**[0014]** La terre rare de l'alliage peut être le néodyme ou encore le praséodyme. On peut utiliser des alliages à base de plusieurs terres rares. On peut citer plus particulièrement les alliages à base de néodyme et de praséodyme. Dans le cas d'un alliage de plusieurs terres rares, le néodyme et/ou le praséodyme peuvent être majoritaire(s).

**[0015]** Par éléments de transition, on entend les éléments des colonnes IIIa à VIIa, VIII, Ib et IIb. Ces éléments de transition peuvent être plus particulièrement ici ceux choisis dans le groupe comprenant le fer, le cobalt, le cuivre, le niobium, le vanadium, le molybdène et le nickel, ces éléments pouvant être pris seuls ou en combinaison. Selon une variante préférée, l'élément de transition est le fer ou encore le fer en combinaison avec au moins un élément du groupe précité, le fer étant majoritaire.

**[0016]** Outre les éléments précités, l'alliage peut comprendre des additifs comme le gallium, l'aluminium, le silicium, l'étain, le bismuth, le germanium, le zirconium ou le titane pris seuls ou en combinaison.

**[0017]** Les proportions respectives de terre rare, de métal de transition et de l'autre élément précité peuvent varier dans de larges proportions. Ainsi, la teneur en terre rare peut être d'au moins 1% (les pourcentages donnés ici sont des pourcentages atomiques) et elle peut varier entre 1% et 30% environ, plus particulièrement entre 1% et 20% environ. La teneur en troisième élément, notamment en bore, peut être d'au moins 0,5% et elle peut varier entre 0,5 et 30% environ, plus particulièrement entre 2 et 10% environ. Pour les additifs, leur teneur peut être d'au moins 0.05% et elle peut varier de 0,05 à 5% environ.

**[0018]** A titre d'exemple d'alliages on peut mentionner tout particulièrement les alliages néodyme/fer/bore, notamment ceux comprenant en outre du cuivre. On peut citer aussi comme alliages utilisables plus particulièrement dans le cadre de la présente invention ceux qui présentent une phase répondant à la formule  $TR_2Fe_{14}B$ , TR désignant au moins une terre rare, tout particulièrement le néodyme.

**[0019]** L'invention s'applique aussi, selon sa deuxième variante, à la préparation de matériaux magnétiques à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'azote. Le procédé utilisé dans ce cas part d'alliages présentant la composition requise en terre rare et en métal de transition pour obtenir le matériau souhaité. Tout ce qui a été dit plus haut concernant la terre rare, l'élément de transition ainsi que les éventuels additifs s'applique aussi ici. On pourra citer cependant plus particulièrement les alliages à base de samarium et de fer à partir desquels on obtiendra des matériaux magnétiques à base de samarium, de fer et d'azote.

**[0020]** On notera que les alliages utilisés comme produits de départ ne présentent pas ou très peu de propriétés d'aimants. Ils ne présentent notamment pas ou très peu de coercivité et d'anisotropie. Les alliages que l'on utilise généralement sont constitués de grains majoritairement monocristallins, de taille élevée, d'au moins 10 $\mu$ m environ. Ici et pour l'ensemble de la description les tailles sont mesurées par MEB. Les alliages peuvent se présenter sous une forme massive ou sous forme d'une poudre. Les alliages sont généralement hétérogènes du point de vue de la taille des grains, de la nature des phases et de la taille des particules dans le cas d'une poudre.

**[0021]** L'alliage peut subir, préalablement au traitement de l'invention, un recuit à une température d'au moins 500°C sous atmosphère inerte.

**[0022]** L'alliage tel que décrit ci-dessus est placé dans une gaine. On utilise avantageusement une gaine cylindrique. La hauteur de cette gaine est de préférence au moins égale à la hauteur de l'alliage à traiter. Son épaisseur de paroi est choisie de telle manière qu'elle n'éclate pas lors du forgeage mais cette épaisseur doit rester relativement faible. Le matériau constitutif de la gaine doit être le plus plastique possible à la température à laquelle se fait le forgeage. On utilise généralement une gaine en métal. De préférence, la gaine est en acier.

**[0023]** L'introduction de l'alliage dans la gaine peut se faire par coulage de l'alliage fondu dans celle-ci ou par tout moyen mécanique partant d'un lingot ou de poudre.

**[0024]** L'ensemble alliage-gaine est ensuite porté à une température d'au moins 500°C. La température maximale à ne pas dépasser est celle au delà de laquelle risque de se produire une fusion importante des grains de l'alliage. Cette température est plus précisément comprise entre 600°C et 1100°C, plus particulièrement entre 800°C et 1000°C. L'alliage est porté à la température indiquée sous atmosphère inerte, par exemple sous argon.

**[0025]** Il est cependant possible de procéder sous enveloppe scellée. On entend par là qu'une fois l'alliage placé dans la gaine, la partie inférieure et la partie supérieure de l'ensemble formé par la gaine et l'alliage sont scellées par un couvercle en un matériau qui peut être de même nature que celui de la gaine et le couvercle est soudé à la gaine. L'alliage est ainsi isolé de l'extérieur et on peut le porter à la température requise sans qu'il soit nécessaire de travailler sous atmosphère inerte.

**[0026]** L'étape suivante du procédé de l'invention consiste à faire subir un forgeage à l'alliage dans la gaine. Le forgeage consiste en une percussion, on donne en effet un ou plusieurs coups de marteau de forge à l'ensemble alliage/gaine. Le forgeage a lieu sur l'ensemble alliage/gaine à la température indiquée plus haut. Lorsque la gaine n'est pas scellée, l'ensemble alliage/gaine est disposé dans une chambre étanche entourant l'enclume de la forge. Cette chambre est reliée à une source de gaz inerte et elle comprend une ouverture à travers laquelle le marteau de la forge peut passer par l'intermédiaire d'un joint d'étanchéité.

**[0027]** Généralement, le nombre de coups de marteau est compris entre 1 et 10.

**[0028]** La puissance mécanique du coup de marteau doit être telle que l'on brise les grains constitutifs de l'alliage. Elle peut aussi être telle qu'une partie de cette puissance serve à l'échauffement du matériau, permettant plusieurs forgeages successifs, sans réchauffement extérieur de l'alliage. Ainsi, cette puissance peut être par exemple d'au moins environ 1 kilowatt par gramme de matériau (kW/g), plus particulièrement d'au moins 5kW/g. Une telle puissance correspond à une vitesse de déformation du matériau d'au moins 8s<sup>-1</sup>, notamment d'au moins 10 s<sup>-1</sup>, plus particulièrement d'au moins 50s<sup>-1</sup> et encore plus particulièrement d'au moins 100s<sup>-1</sup>. La vitesse de déformation du matériau est définie par l'expression (dh/h)/dt, dh/h désignant le rapport (hauteur initiale-hauteur finale)/hauteur initiale, la hauteur étant celle de l'ensemble alliage/gaine, dt désignant la durée de l'écrasement qui est égale à dh/(v/2), v étant la vitesse du marteau au moment du choc et v/2 étant considéré, en première approximation, comme la vitesse moyenne lors de l'écrasement, cette vitesse moyenne pouvant en effet être définie comme le rapport (vitesse initiale-vitesse finale)/2 c'est à dire (v-0)/2.

**[0029]** Une telle puissance correspond à des dispositifs dans lesquels la vitesse du marteau est d'au moins 0,3 m.s<sup>-1</sup>, notamment d'au moins 0,5m.s<sup>-1</sup>, plus particulièrement d'au moins 1m.s<sup>-1</sup>, et encore plus particulièrement d'au moins 4m.s<sup>-1</sup>.

**[0030]** Le forgeage peut s'effectuer avec un taux de réduction d'au moins 2. Le taux de réduction est défini par le rapport hauteur initiale (avant forgeage)/hauteur finale (après forgeage) de l'ensemble alliage/gaine. Ce taux peut être plus particulièrement d'au moins 5.

**[0031]** Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, on effectue le forgeage dans une direction perpendiculaire à un axe de facile croissance des cristallites de l'alliage. Dans le cas de la phase Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, cet axe de facile croissance est l'axe a ou b de la maille quadratique. Le forgeage dans ce cas permet de faire passer les axes c d'une distribution équatoriale à une distribution sensiblement unidirectionnelle.

**[0032]** Le produit obtenu à l'issue du forgeage se présente sous une forme plane cylindrique, ou éventuellement sous la forme d'une capsule lorsque l'on a utilisé une enveloppe scellée comme décrit plus haut, dont la partie interne comporte l'alliage métallique de départ et la partie périphérique ou externe la gaine de départ. L'alliage est maintenant constitué de grains monocristallins dont la taille moyenne est d'au plus 30µm, plus particulièrement d'au plus 10µm. L'alliage présente une coercivité et il est anisotrope. Les axes d'aimantation sont alignés parallèlement à la direction du forgeage.

**[0033]** Selon la seconde variante de l'invention et en vue d'obtenir un matériau magnétique à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'azote, on soumet à un traitement de nitruration le produit issu du forgeage. Le traitement de nitruration se fait d'une manière connue. La teneur en azote du matériau obtenu peut être du même ordre que celle donnée plus haut pour le bore, plus particulièrement, elle peut être comprise entre 2 et 15%.

**[0034]** Le procédé de l'invention peut comprendre en outre, après l'étape de forgeage, d'autres étapes complémentaires mettant en oeuvre des traitements qui vont être décrits ci-après. Dans le cas de la préparation d'un matériau magnétique à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'azote, préparation comportant une étape de nitruration, les traitements complémentaires sont mis en oeuvre de préférence avant cette étape de nitruration.

**[0035]** Les différents traitements complémentaires qui vont être décrits maintenant peuvent être mis en oeuvre dans un ordre quelconque.

**[0036]** A titre de traitement complémentaire, il est ainsi possible de faire subir au produit issu du forgeage au moins un traitement de recuit pour améliorer ses propriétés magnétiques.

**[0037]** Différents types de traitement de recuit peuvent être envisagés. Un premier type se fait à une température qui peut être comprise entre 700°C et 1100°C. Le traitement se fait de préférence sous atmosphère inerte, par exemple sous argon. La durée du traitement peut être comprise entre quelques minutes et quelques heures.

**[0038]** Un autre type de traitement de recuit peut être conduit à une température comprise entre 400°C et 700°C, de préférence aussi sous atmosphère inerte du type argon. La durée du traitement peut être comprise entre quelques minutes et quelques heures.

**[0039]** Il est bien entendu tout à fait possible d'effectuer un ou plusieurs traitements de recuit de même type ou de type différent; par exemple on peut mettre en oeuvre un traitement selon le premier type précité puis ensuite un second traitement selon le deuxième type.

**[0040]** Comme autre traitement complémentaire, il est aussi possible de prévoir un procédé de décrépitation à l'hydrogène en vue d'obtenir une poudre aux propriétés magnétiques proches de celles du produit massif. Ainsi, on peut soumettre le matériau obtenu après le forgeage et, éventuellement après au moins un traitement de recuit, à une hydruration de manière à obtenir un hydrure de l'alliage puis à une déshydruration.

**[0041]** Les traitements d'hydruration et de déshydruration sont connus. L'hydruration du matériau peut se faire sous atmosphère d'hydrogène (par exemple au moins égale à 0,1MPa) à température ambiante ou bien en activant thermiquement le matériau dans une atmosphère contenant de l'hydrogène. Par exemple, on peut activer thermiquement le matériau jusqu'à une température inférieure à 500°C, de préférence inférieure à 300°C. La déshydruration peut être obtenue en chauffant le matériau hydruré à une température d'au moins 500°C sous vide. La température et le temps de chauffage sont choisis de façon à obtenir une déshydruration complète. Le traitement de déshydruration peut être suivi éventuellement d'un recuit du premier et/ou du second type précité.

**[0042]** On obtient à l'issue de ce traitement un matériau sous forme d'une poudre présentant des propriétés magnétiques intéressantes. Ainsi, ce matériau présente une coercivité d'au moins 9kOe, plus particulièrement d'au moins 9,5kOe et encore plus particulièrement d'au moins 10kOe en combinaison avec une rémanence d'au moins 9kG, plus particulièrement d'au moins 9,5kG et encore plus particulièrement d'au moins 10kG. Le matériau peut présenter chacune des valeurs de coercivité données ci-dessus en combinaison avec chacune des valeurs de rémanence données aussi ci-dessus, par exemple une coercivité de 9kOe en combinaison avec une rémanence de 9,5kG. Le matériau présente une texture cristalline qui le rend magnétiquement anisotrope. Les particules qui constituent la poudre sont elles mêmes constituées non pas d'un seul grain monocristallin mais de plusieurs grains monocristallins d'une taille moyenne d'au moins 0,1µm. Ainsi, à titre d'exemple, les particules peuvent avoir une taille de quelques dizaines de

## EP 1 082 733 B1

microns, notamment comprise entre environ 10 et environ 200µm, plus particulièrement entre environ 10µm et environ 100µm, et être constituées d'une dizaine de grains de quelques microns chacun.

**[0043]** En ce qui concerne sa composition, le matériau est constitué des éléments constitutifs qui ont été donnés plus haut pour l'alliage et ce qui a été décrit à ce sujet s'applique aussi ici, le matériau étant notamment à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'au moins un autre élément choisi parmi le bore, le carbone et l'azote.

**[0044]** Des exemples vont maintenant être donnés.

**[0045]** L'alliage utilisé répond à la formule  $Nd_{15,3}Fe_{76,8}B_{4,9}Cu_{1,5}Al_{1,5}$  pour les exemples 1 et 2, à la formule  $Nd_{15,5}Fe_{78}B_5Cu_{1,5}$  pour l'exemple 3 et à la formule  $Nd_{15,3}Fe_{76,9}B_{4,9}Cu_{1,5}Nb_{0,5}Al_{0,9}$  pour l'exemple 4.

**[0046]** Les essais sont faits dans une gaine cylindrique en acier. Dans certains cas l'alliage subit deux coups de marteau (premier forgeage et deuxième forgeage).

**[0047]** On donne dans le tableau 1 les caractéristiques du matériau de départ, dans les tableaux 2 et 3 les conditions de forgeage et dans le tableau 4 les propriétés magnétiques des matériaux massifs obtenus.

Tableau 1

| Exemples | masse (g) gaine et alliage | diamètre (mm) | hauteur (mm) | épaisseur (mm) de la gaine |
|----------|----------------------------|---------------|--------------|----------------------------|
| 1        | 20,18                      | 12            | 25           | 2                          |
| 2        | 15,76                      | 12            | 20           | 1                          |
| 3        | 20,31                      | 12            | 25           | 1                          |
| 4        | 19,98                      | 12            | 24,5         | 1                          |

Tableau 2

| Exemples                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | T <sub>1</sub> (°C) | T <sub>2</sub> (°C) | E(s <sup>-1</sup> ) | Tr <sub>1</sub> | Tr <sub>2</sub> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|
| 1                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 980                 | 890                 | 95,0                | 4,39            | 6,25            |
| 2                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 1060                | -                   | 112,5               | 5,90            | -               |
| 3                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 995                 | -                   | 95,6                | 6,00            | -               |
| 4                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 1000                | -                   | 92                  | 6               | -               |
| T <sub>1</sub> : température lors du premier forgeage<br>T <sub>2</sub> : température lors du second forgeage<br>E : vitesse de déformation lors du premier forgeage<br>Tr <sub>1</sub> : taux de réduction à l'issue du premier forgeage<br>Tr <sub>2</sub> : taux de réduction total à l'issue du second forgeage |                     |                     |                     |                 |                 |

Tableau 3

| Exemples                                                                                                                                                                                                                                                         | V <sub>1</sub> (ms <sup>-1</sup> ) | V <sub>2</sub> (ms <sup>-1</sup> ) | P <sub>1</sub> (kW/g) | P <sub>2</sub> (kW/g) |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 1                                                                                                                                                                                                                                                                | 4,75                               | 4                                  | 10,3                  | 70                    |
| 2                                                                                                                                                                                                                                                                | 4,54                               | -                                  | 13,9                  | -                     |
| 3                                                                                                                                                                                                                                                                | 4,78                               | -                                  | 9,8                   | -                     |
| 4                                                                                                                                                                                                                                                                | 4,48                               | -                                  | 8,3                   | -                     |
| V <sub>1</sub> : vitesse du marteau lors du premier forgeage<br>V <sub>2</sub> : vitesse du marteau lors du second forgeage<br>P <sub>1</sub> : puissance mécanique du premier coup de marteau<br>P <sub>2</sub> : puissance mécanique du second coup de marteau |                                    |                                    |                       |                       |

Tableau 4

| Exemple | Coercivité Hc |      | Rémanence Br |      | Produit énergétique |                   |
|---------|---------------|------|--------------|------|---------------------|-------------------|
|         | kOe           | kA/m | kG           | T    | MGOe                | kJ/m <sup>3</sup> |
| 1       | 9,5           | 756  | 10           | 1    | 17,5                | 139               |
| 2       | 10,0          | 796  | 10           | 1    | 16                  | 127               |
| 3       | 9,5           | 756  | 10           | 1    | 17,5                | 139               |
| 4       | 10,1          | 804  | 9,9          | 0,99 | 21                  | 167               |

[0048] Les valeurs de rémanence données dans le tableau 4 montrent que les produits sont anisotropes.

## Revendications

1. Procédé de préparation d'un matériau magnétique, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes suivantes :

- on place dans une gaine un alliage à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'au moins un autre élément choisi parmi le bore et le carbone;
- on porte l'ensemble à une température d'au moins 500°C;
- on soumet l'ensemble à un forgeage avec une vitesse de déformation du matériau d'au moins 8s<sup>-1</sup>.

2. Procédé de préparation d'un matériau magnétique à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'azote, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes suivantes :

- on place dans une gaine un alliage à base d'au moins une terre rare et d'au moins un métal de transition;
- on porte l'ensemble à une température d'au moins 500°C;
- on soumet l'ensemble à un forgeage avec une vitesse de déformation du matériau d'au moins 8s<sup>-1</sup>;
- on soumet à un traitement de nitruration le produit issu du forgeage.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce qu'on** effectue le forgeage avec une vitesse de déformation du matériau d'au moins 10s<sup>-1</sup>, plus particulièrement d'au moins 50s<sup>-1</sup> et encore plus particulièrement d'au moins 100s<sup>-1</sup>.

4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3, **caractérisé en ce qu'on** effectue le forgeage avec un taux de réduction d'au moins 2.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'on** effectue le forgeage dans une direction perpendiculaire à un axe de facile croissance des cristallites de l'alliage.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'alliage est à base d'au moins une terre rare qui est le néodyme ou le samarium.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'alliage est à base d'au moins un métal de transition qui est le fer.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 3 à 7, **caractérisé en ce que** l'alliage est à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et de bore.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 3 à 8, **caractérisé en ce que** l'alliage comprend en outre du cuivre.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la gaine est en métal.

11. Procédé selon la revendication 9, **caractérisé en ce que** la gaine est en acier.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'on** soumet le matériau obtenu après

le forgeage et, le cas échéant, avant le traitement de nitruration, à au moins un traitement de recuit.

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'on** soumet le matériau obtenu après le forgeage et, éventuellement après au moins un traitement de recuit, à une hydratation puis à une déshydratation, la déshydratation pouvant être suivie éventuellement d'au moins un traitement de recuit et, dans le cas échéant, d'un traitement de nitruration.

14. Matériau magnétique sous forme de poudre, à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'au moins un autre élément choisi parmi le bore et le carbone, obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1, 3 à 13 **caractérisé en ce qu'il** présente une coercivité d'au moins 9kOe et une rémanence d'au moins 9kG.

15. Matériau métallique sous forme de poudre, à base d'au moins une terre rare, d'au moins un métal de transition et d'azote, obtenu par le procédé selon l'une des revendications 2 à 13, **caractérisé en ce qu'il** présente une coercivité d'au moins 9kOe et une rémanence d'au moins 9kG.

16. Matériau selon l'une des revendications 14 ou 13, **caractérisé en ce qu'il** se présente sous forme d'une poudre constituée de particules de 10 à 200  $\mu\text{m}$ .

17. Matériau selon l'une des revendications 14 à 16, **caractérisé en ce qu'il** se présente, sous forme d'une poudre dont les particules sont constituées de grains monocristallins d'une taille moyenne d'au moins 0,1  $\mu\text{m}$ .

18. Matériau selon l'une des revendications 14 à 17, **caractérisé en ce qu'il** est magnétiquement anisotrope.

## Claims

1. Process for the preparation of a magnetic material, **characterized in that** it comprises the following steps:

- an alloy based on at least one rare earth, on at least one transition metal and on at least one other element chosen from boron and carbon is placed in a sheath;
- the assembly is heated to a temperature of at least 500°C;
- the assembly is subjected to a forging operation with a strain rate of the material of at least 8  $\text{s}^{-1}$ .

2. Process for the preparation of a magnetic material based on at least one rare earth, on at least one transition metal and on nitrogen, **characterized in that** it comprises the following steps:

- an alloy based on at least one rare earth and on at least one transition metal is placed in a sheath;
- the assembly is heated to a temperature of at least 500°C;
- the assembly is subjected to a forging operation with a strain rate of the material of at least 8  $\text{s}^{-1}$ ;
- the product after forging is subjected to a nitriding treatment.

3. Process according to claim 1 or 2, **characterized in that** forging is carried out with a strain rate of the material of at least 10  $\text{s}^{-1}$ , more particularly of at least 50  $\text{s}^{-1}$  and even more particularly of at least 100  $\text{s}^{-1}$ .

4. Process according to claim 1, 2 or 3, **characterized in that** forging is carried out with a reduction ratio of at least 2.

5. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** forging is carried out in a direction perpendicular to an easy growth axis of the crystallites of the alloy.

6. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the alloy is based on at least one rare earth, which is neodymium or samarium.

7. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the alloy is based on at least one transition metal, which is iron.

8. Process according to one of claims 1 or 3 to 7, **characterized in that** the alloy is based on at least one rare earth, on at least one transition metal and on boron.

9. Process according to one of claims 1 or 3 to 8, **characterized in that** the alloy also comprises copper.
10. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the sheath is made of metal.
- 5 11. Process according to claim 9, **characterized in that** the sheath is made of steel.
12. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the material obtained after forging, and, where appropriate, before the nitriding treatment, is subjected to at least one annealing treatment.
- 10 13. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the material obtained after forging, and, optionally, after at least one annealing treatment, is subjected to a hydriding treatment and then to a dehydriding treatment, it being possible for the dehydriding treatment to be optionally followed by at least one annealing treatment and, where appropriate, a nitriding treatment.
- 15 14. Magnetic material in powder form, based on at least one rare earth, on at least one transition metal and on at least one other element chosen from boron and carbon, obtained by the process according to one of claims 1, 3 to 13, **characterized in that** it has a coercivity of at least 9 kOe and a remanence of at least 9 kG.
- 20 15. Metallic material in powder form, based on at least one rare earth, on at least one transition metal and on nitrogen, obtained by the process according to one of claims 2 to 13, **characterized in that** it has a coercivity of at least 9 kOe and a remanence of at least 9 kG.
- 25 16. Material according to either of claims 14 and 15, **characterized in that** it is in the form of a powder consisting of 10 to 200  $\mu\text{m}$  particles.
17. Material according to one of claims 14 to 16, **characterized in that** it is in the form of a powder, the particles of which consist of single-crystal grains having an average size of at least 0.1  $\mu\text{m}$ .
- 30 18. Material according to one of claims 14 to 17, **characterized in that** it is magnetically anisotropic

#### Patentansprüche

- 35 1. Verfahren zur Herstellung eines magnetischen Materials, **dadurch gekennzeichnet, dass** es die folgenden Schritte umfasst:
  - man gibt eine Legierung auf der Grundlage von mindestens einem Seltenerdmetall, mindestens einem Übergangsmetall und mindestens einem anderen Element, das aus Bor und Kohlenstoff ausgewählt ist, in ein Rohr;
  - man bringt die Zusammenstellung auf eine Temperatur von mindestens 500 °C;
  - 40 - man unterzieht die Zusammenstellung einem Schmieden mit einer Geschwindigkeit der Verformung des Materials von mindestens 8 s<sup>-1</sup>.
- 45 2. Verfahren zur Herstellung eines magnetischen Materials auf der Grundlage von mindestens einem Seltenerdmetall, mindestens einem Übergangsmetall und von Stickstoff, **dadurch gekennzeichnet, dass** es die folgenden Schritte umfasst:
  - man gibt eine Legierung auf der Grundlage von mindestens einem Seltenerdmetall und mindestens einem Übergangsmetall in ein Rohr;
  - man bringt die Zusammenstellung auf eine Temperatur von mindestens 500 °C;
  - 50 - man unterzieht die Zusammenstellung einem Schmieden mit einer Geschwindigkeit der Verformung des Materials von mindestens 8 s<sup>-1</sup>;
  - man unterzieht das Produkt, das aus dem Schmieden hervorgegangen ist, einer Nitrierungsbehandlung.
- 55 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das Schmieden mit einer Geschwindigkeit der Verformung des Materials von mindestens 10 s<sup>-1</sup>, spezieller mindestens 50 s<sup>-1</sup> und noch spezieller mindestens 100 s<sup>-1</sup> bewirkt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das Schmieden mit einem Redukti-

onsgrad von mindestens 2 bewirkt.

5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das Schmieden in einer Richtung senkrecht zu einer Achse des leichten Wachstums der Kristallite der Legierung bewirkt.
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Legierung auf der Grundlage von mindestens einem Seltenerdmetall, bei dem es sich um Neodym oder Samarium handelt, vorliegt.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Legierung auf der Grundlage von mindestens einem Übergangsmetall, bei dem es sich um Eisen handelt, vorliegt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 3 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Legierung auf der Grundlage von mindestens einem Seltenerdmetall, mindestens einem Übergangsmetall und von Bor vorliegt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 3 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Legierung darüber hinaus Kupfer enthält.
10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Rohr aus Metall ist.
11. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Rohr aus Stahl ist.
12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das nach dem Schmieden und gegebenenfalls vor der Nitrierungsbehandlung erhaltene Material mindestens einer Temperbehandlung unterzieht.
13. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das nach dem Schmieden und gegebenenfalls nach mindestens einer Temperbehandlung erhaltene Material einer Hydrierung, dann einer Dehydrierung unterzieht, wobei der Dehydrierung gegebenenfalls mindestens eine Temperbehandlung und gegebenenfalls eine Nitrierungsbehandlung folgen kann.
14. Magnetisches Material in Pulverform auf der Grundlage mindestens eines Seltenerdmetalls, mindestens eines Übergangsmetalls und mindestens eines anderen Elements, das aus Bor und Kohlenstoff ausgewählt ist, erhalten durch das Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 3 bis 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** es eine Koerzitiv-Feldstärke von mindestens 9 kOe und eine Remanenz von mindestens 9 kG aufweist.
15. Metallisches Material in Pulverform auf der Grundlage von mindestens einem Seltenerdmetall, mindestens einem Übergangsmetall und von Stickstoff, erhalten durch das Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** es eine Koerzitiv-Feldstärke von mindestens 9 kOe und eine Remanenz von mindestens 9 kG aufweist.
16. Material nach einem der Ansprüche 14 oder 15, **dadurch gekennzeichnet, dass** es in Form eines Pulvers vorliegt, das aus Teilchen von 10 bis 200 µm zusammengesetzt ist.
17. Material nach einem der Ansprüche 14 bis 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** es in Form eines Pulvers vorliegt, dessen Teilchen aus monokristallinen Körnern mit einer mittleren Größe von mindestens 0,1 µm zusammengesetzt ist.
18. Material nach einem der Ansprüche 14 bis 17, **dadurch gekennzeichnet, dass** es magnetisch anisotrop ist.