



(12) Ausschließungspatent

(19) DD (11) 217 242 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) C 21 D 6/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	AP C 21 D / 262 082 3	(22)	18.04.84	(44)	09.01.85
(31)	1472/83	(32)	29.04.83	(33)	HU

(71) siehe (73)

(72) Figin, Vjacseszláv, Dr. Dipl.-Ing.; Kocsó, Illés, Dr. Dipl.-Ing.; Sztankó, Éva, Dipl.-Ing., HU

(73) Vasipari Kutató és Fejlesztő Vállalat, H-1509 Budapest, Fehérvári ut 130

(54) Verfahren zur Wärmebehandlung von Dauermagnetlegierungen

(57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Wärmebehandlung von ausscheidungshärtenden anisotropen Dauermagnetlegierungen, in dessen Verlauf das Material im Temperaturbereich der einphasigen Lösung bei 1 200–1 300 °C homogenisiert, hiernach schnell abgekühlt und darauffolgend angelassen wird, wobei gegebenenfalls zwischen der Homogenisierung und dem Anlassen bei einer Temperatur von 800–850°C eine isothermische Magnetfeld-Wärmebehandlung vorgenommen wird. Gemäß der Erfindung wird das Anlassen während der Abkühlung von der Homogenisierungsstemperatur kontinuierlich in der Weise vorgenommen, daß das Material von der Temperatur von 650–700 °C auf die Temperatur von 500 °C mit einer Geschwindigkeit von 20–50 °C/h im Ofen abgekühlt wird und das Abkühlen zwischen den Homogenisierungsstemperatur und der oberen Temperaturstufe des Anlassens unter Anwendung von Luft oder Schutzgas in einem Magnetfeld erfolgt.

Verfahren zur Wärmebehandlung von Dauermagnetlegierungen

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Wärmebehandlung von ausscheidungshärtenden anisotropen Dauermagnetlegierungen, in dessen Verlauf das Material im Temperaturbereich einer einphasigen Lösung ∞ , bei $1200 - 1300^{\circ}\text{C}$ homogenisiert, hiernach schnell abgekühlt und danach angelassen wird, wobei gegebenenfalls zwischen der Homogenisierung und dem Anlassen bei einer Temperatur von $800 - 850^{\circ}\text{C}$ eine isothermische Magnetfeld-Wärmebehandlung durchgeführt wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Bekanntlich werden magnetische Werkstoffe nach der Koerzitivfeldstärke in

- magnetisch weiche Legierungen und
- magnetisch harte Legierungen oder Dauermagnete

unterteilt.

Zu den am häufigsten verwandeten, durch Ausecheidungshärtung hergestellten harten magnetischen Legierungen gehören die unter den Bezeichnungen Alnico und Ticonol bekannten Werkstoffe.

Bei derartigen Dauermagnetlegierungen auf Fe-Ni-Co-Al-Basis wurden die besten magnetischen Eigenschaften bisher durch eine Wärmebehandlung erreicht, in deren Verlaufe das Material bei einer Temperatur von 1200 - 1300°C im Temperaturbereich einer einphasigen (α -Phase) Lösung zwecks Homogenisierung unter Luft- oder Schutzgasatmosphäre geglüht und hiernach im Interesse der Vermeidung der Ausscheidung der Phase χ schnell bis auf Raumtemperatur abgekühlt wird, wobei in dem die Phase χ bereits nicht enthaltenden (zusammensetzungsabhängigen) Temperaturbereich eine etwa 10 Minuten andauernde Magnetfeldbehandlung erfolgt. Bei Legierungen mit hohem Kobaltgehalt wird diese Behandlung bei konstanter Temperatur und bei Legierungen mit niedrigem Kobaltgehalt einfach durch eine Magnetfeldkühlung vorgenommen.

Im Verlaufe des im Magnetfeld erfolgenden Zerfalls bilden sich aus der Phase α die Phasen α_1 und α_2 , von denen sich die ferromagnetische Phase α_1 in Richtung des äußeren Magnetfeldes orientiert. Die letzte Phase der Wärmebehandlung ist das Anlassen, während dessen bis zum Erreichen der endgültigen Zusammensetzung Änderungen der Gitterparameter und der Mikrozusammensetzung zwischen den Phasen α_1 und α_2 vor sich gehen.

Das Anlassen wird im allgemeinen in mehreren Stufen über etwa 25 - 40 Stunden vorgenommen.

Grundlegender Nachteil des beschriebenen Wärmebehandlungsverfahrens ist die außerordentlich lange Anlaßzeit-

dauer sowie der Umstand, daß für sämtliche Legierungsarten unterschiedliche Anlaßprogramme verwendet werden müssen, die die Temperaturregelung des Ofens außerordentlich erschweren. Gleichzeitig können die magnetischen Eigenschaften in einem wesentlichen Teil sämtlicher Fälle nicht reproduziert werden. Die Temperatur der ersten Stufe des in mehreren Stufen erfolgenden Anlassens muß außerordentlich genau eingehalten werden, da bereits eine Verschiebung von einigen Graden eine Verschiebung der magnetischen Parameter mit sich bringt.

Ziel der Erfindung:

Ziel der Erfindung ist die Beseitigung der aufgezeigten Mängel.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Wärmebehandlungstechnologie zu entwickeln, die schneller, wirtschaftlicher und einfacher als die früher angewandten Wärmebehandlungen ist, wobei gleichzeitig die mit ihrer Hilfe erreichbaren Ergebnisse reproduzierbar sein müssen und eine Regelung bzw. Verbesserung der magnetischen Parameter ermöglicht wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das Anlassen kontinuierlich während des Abkühlens von der Homogenisierungstemperatur erfolgt, wobei das Material von einer Temperatur von $650 - 700^{\circ}\text{C}$ auf eine Temperatur von 500°C mit einer Geschwindigkeit von $20 - 50^{\circ}\text{C}/\text{h}$ in einem Ofen abgekühlt wird und das Abkühlen zwischen der Homogenisierungstemperatur und der oberen Temperaturstufe des Anlassens in einer Luft- oder Schutzgasatmosphäre in einem Magnetfeld erfolgt. Das Material wird

zweckmäßig zusammen mit dem Ofen auf Homogenisierungs-temperatur erwärmt. Die Wärmebehandlung kann in einer Luft- oder Schutzgasatmosphäre erfolgen. Die Zeitdauer der Wärmehaltung ist in Abhängigkeit von den Abmessungen der Werkstücke bzw. der Prüflänge festzulegen.

Das Abkühlen von der Homogenisierungstemperatur auf die obere Temperaturstufe des Anlassens erfolgt zweckdienlicherweise mit einer Geschwindigkeit von 20 - 150°C/Minute. Ist auch eine isothermische Behandlung vorgesehen, wird das Abkühlen zwischen der Homogenisierungs-temperatur und der isothermischen Behandlung mit einer Geschwindigkeit von 80 - 140°C/Minute vorgenommen. Zwischen der isothermischen Behandlung und der oberen Grenze des Anlassens beträgt die Abkühlgeschwindigkeit des Materials vorteilhafte Weise 60 - 100°C/Minute. Unter der unteren Anlaßtemperaturstufe beträgt die Abkühlgeschwindigkeit 100 - 120°C/h.

Gemäß der Erfindung kann also das Anlassen der durch Ausscheidung härtenden anisotropen Dauermagnetlegierungen während 3 - 8 Stunden durchgeführt werden.

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß durch den im ersten Stadium des Anlassens erfolgende Zerfall, der bei einer Temperatur von 650 - 700°C in einem Magnetfeld mit der zum vollständigen Ablauf des Vorganges erforderlichen Abkühlgeschwindigkeit von 60°C/Minute erfolgt, eine Verkürzung der Anlaßzeitdauer im zweiten Stadium des Zerfallen möglich wird. Die Abkühlung von der Homogenisierungstemperatur auf die obere Temperaturstufe des Anlassens wird bei gleichzeitiger Einwirkung eines Magnetfeldes vorgenommen. Da hierfür keine gleichmäßige Temperaturaufnahme im gesamten Volumen der Werkstücke zu Beginn der Wärmebehandlung erforderlich ist, kann die

Verwendung von Salz- bzw. Metallbädern bei der isothermischen Magnetfeld-Wärmebehandlung entfallen.

Ausführungsbeispiel:

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In den dazugehörigen Zeichnungen zeigen:

Fig. 1: das Wärmebehandlungsdiagramm der Legierung ALNICO nach dem erfindungsgemäßen Verfahren;

Fig. 2: das Diagramm der herkömmlichen Wärmebehandlung der gleichen Legierung;

Fig. 3: das Wärmebehandlungsdiagramm einer auf pulvermetallurgischem Wege hergestellten ALNICO-Legierung;

Fig. 4: das Diagramm der herkömmlichen Wärmebehandlung des gleichen Materials;

Fig. 5: das Wärmebehandlungsdiagramm der Legierung TICONAL nach dem erfindungsgemäßen Verfahren;

Fig. 6: das Diagramm der herkömmlichen Wärmebehandlung der gleichen Legierung;

Fig. 7: das Wärmebehandlungsdiagramm der auf pulvermetallurgischem Wege hergestellten TICONAL-Legierung;

Fig. 8: das Diagramm der herkömmlichen Wärmebehandlung des gleichen Materials.

Beispiel 1

Es wurde eine ALNICO-Legierung folgender Zusammensetzung mit niedrigem Kobaltgehalt hergestellt:

Aluminium	- 8 %
Kobalt	- 24 %
Kupfer	- 3 %
Niobium	- 1 %
Eisen	- Rest

Die Charge wurde in einem Induktionsofen geschmolzen. Nach Schlackenbehandlung und zusätzlicher Desoxydation erfolgte das Gießen.

Zwecks Homogenisierung wurden die Prüflinge bei einer Temperatur von 1300°C 30 Minuten lang unter Luftatmosphäre einer Wärmebehandlung unterzogen. Hiernach wurden die Proben in einem Magnetfeld unter Verwendung eines Luftstromes mit einer Geschwindigkeit von $50^{\circ}\text{C}/\text{Minute}$ auf eine Temperatur von 650°C abgekühlt. Das darauf folgende Anlassen wurde kontinuierlich bei einer Abkühlung von 650°C auf 500°C durchgeführt. Die Geschwindigkeit des Abkühlens betrug $30^{\circ}\text{C}/\text{h}$. Von 500°C an wurde das Material in einem Ofen mit einer Geschwindigkeit von $100^{\circ}\text{C}/\text{Minute}$ auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Wärmebehandlung veranschaulicht das erste Diagramm.

Die durchschnittliche magnetische Energie des so erhaltenen Materials betrug $42,4 \text{ kJ/m}^3$.

Beispiel 2

Nach der im Beispiel 1 dargelegten Technologie wurden Proben der gleichen Zusammensetzung hergestellt und diese einer herkömmlichen Wärmebehandlung unterworfen.

Die Homogenisierung wurde bei einer Temperatur von 1300°C 30 Minuten lang vorgenommen, Anschließend wurde das Material zwischen 900 und 600°C in einem Magnetfeld abgekühlt. Hiernach erfolgte ein mehrstufiges Anlassen. In der ersten Stufe des Anlassens wurde das Material auf eine Temperatur von 650°C gehalten. Hiernach wurde das Material in der zweiten Stufe 24 Stunden lang bei einer Temperatur von 550°C gehalten und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Abkühlen erfolgte gemeinsam mit dem Ofen.

Die durchschnittliche magnetische Energie des erhaltenen Materials betrug $40,4 \text{ kJ/m}^3$. Der Ablauf der Wärmebehandlung ist in Fig. 2 dargestellt.

Beispiel 3

Das in den Beispielen 1 und 2 dargestellte Material wurde auf pulvermetallurgischem Wege hergestellt. Das Material wurde bei einer Temperatur von 1300°C 30 Minuten lang unter Schutzgasatmosphäre homogenisiert, dann im Magnetfeld unter Schutzgasatmosphäre mit einer Geschwindigkeit von $50^{\circ}\text{C}/\text{Minute}$ auf 650°C abgekühlt. Ab 650°C erfolgt das Anlassen mit einer kontinuierlichen Abkühlgeschwindigkeit von $50^{\circ}\text{C}/\text{h}$ auf eine Temperatur von 500°C .

Das Abkühlen auf Raumtemperatur erfolgte zusammen mit dem Ofen, wobei die Abkühlgeschwindigkeit $100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ betrug.

Die Art und Weise der Wärmebehandlung zeigt Diagramm 3.

Die durchschnittliche magnetische Energie der erhaltenen Legierung betrug $41,6 \text{ kJ/m}^3$.

Beispiel 4

Mit der im Beispiel 1 dargelegten Zusammensetzung und der im Beispiel 3 angeführten Technologie wurden Prüflinge vorbereitet. Diese wurden nach herkömmlicher Technologie einer Wärmebehandlung unterzogen, wobei die Homogenisierung bei einer Temperatur von 1300°C über 30 Minuten erfolgte. Dann wurde das Material auf die im Beispiel 2 dargelegte Weise auf Raumtemperatur abgekühlt und anschließend ein in mehreren Stufen erfolgendes Anlassen vorgenommen. Im Verlaufe des Anlassens wurde das Material in der ersten Stufe 6 Stunden lang auf einer Temperatur von 650°C gehalten und dann in der zweiten Stufe die Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 550°C 24 Stunden lang durchgeführt. Hiernach wurde das Material erneut zusammen mit dem Ofen auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Wärmebehandlung ist in Diagramm 4 veranschaulicht. Die durchschnittliche magnetische Energie des so erhaltenen Materials betrug $38,4 \text{ kJ/m}^3$.

Beispiel 5

Es wurde eine TICONAL-Legierung der nachstehenden Zusammensetzung mit einem hohen Kobaltgehalt hergestellt:

Aluminium	-	7,5 %
Kobalt	-	35 %
Kupfer	-	3,5 %
Niobium	-	0,5 %
Nickel	-	15 %
Eisen	-	Rest

Die Charge wurde nach der im Beispiel 1 dargelegten Technologie geschmolzen und gegossen. Anschließend wurden die Prüflinge erfindungsgemäß wie folgt behandelt:

Die Homogenisierungstemperatur betrug 1250°C , die Zeitdauer 30 Minuten. Hiernach wurde das Material unter Verwendung eines Luftstromes in einem Magnetfeld mit einer Geschwindigkeit von $100^{\circ}\text{C}/\text{Minute}$ auf eine Temperatur von 810°C abgekühlt.

Bei 810°C wurde ebenfalls im Magnetfeld eine etwa 10 Minuten andauernde Wärmehaltung durchgeführt und dann im Magnetfeld die Abkühlung mit einer Geschwindigkeit von $80^{\circ}\text{C}/\text{Minuten}$ bis zu einer Temperatur von 650°C fortgesetzt. Von dieser Temperatur wurde mit einer Abkühlgeschwindigkeit von $30^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ein kontinuierliches Anlassen bis auf eine Temperatur von 500°C vorgenommen. Von 500°C an wurde das Material zusammen mit dem Ofen mit einer Abkühlgeschwindigkeit von $100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ auf Raumtemperatur abgekühlt. Den Ablauf der Wärmebehandlung zeigt Diagramm 5.

Die durchschnittliche magnetische Energie des so erhaltenen Materials betrug $46,4 \text{ kJ/m}^3$.

Beispiel 6

Nach der im Beispiel 5 dargelegten Technologie wurden erneut Prüflinge mit der gleichen Zusammensetzung hergestellt und einer Wärmebehandlung nach herkömmlicher Technologie unterzogen. Der Verlauf der Wärmebehandlung ist in Fig. 6 dargestellt.

Die Homogenisierung erfolgte bei einer Temperatur von 1250°C für eine Zeitdauer von 30 Minuten. Dann wurde das Material im Luftstrom auf 850°C abgekühlt, anschließend

in ein Salzbad mit einer Temperatur von 810°C gelegt und hier 10 Minuten lang in einem Magnetfeld gehalten. Nach Herausnahme aus dem Salzbad wurden die Prüflinge unter Luftatmosphäre auf Raumtemperatur abgekühlt und dann auf die erste Stufe der Anlaßtemperatur erhitzt. In der ersten Stufe erfolgte die Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 650°C 2 Stunden lang. Die Temperatur der zweiten Stufe betrug 650°C , ihre Zeitdauer 4 Stunden und die der dritten Stufe 550°C und 24 Stunden. Das Material wurde hiernach erneut im Salzbad auf Raumtemperatur abgekühlt.

Die durchschnittliche magnetische Energie des Materials betrug im Ergebnis 40 kJ/m^3 .

Beispiel 7

Prüflinge mit der in Beispiel 5 dargelegten Zusammensetzung wurden auf pulvermetallurgischem Wege hergestellt. Ihre Wärmebehandlung erfolgte erfindungsgemäß auf die im Diagramm 7 dargestellte Weise.

Die Homogenisierung erfolgte bei einer Temperatur von 1250°C 30 Minuten lang. Anschließend wurde im Magnetfeld eine Abkühlung mit einer Geschwindigkeit von $130^{\circ}\text{C}/\text{Minute}$ vorgenommen. Das Abkühlen erfolgt in einem Luftstrom bis zu einer Temperatur von 800°C . Bei dieser Temperatur erfolgte eine 10 Minuten andauernde Wärmehaltung, die ebenfalls in einem Magnetfeld vorgenommen wurde. Hieran anschließend wurde das Material im Ofen unter Einfluß eines Magnetfeldes bis auf eine Temperatur von 670°C weiter abgekühlt. Die Kühlgeschwindigkeit betrug $90^{\circ}\text{C}/\text{Minute}$.

Das kontinuierliche Anlassen begann bei 650°C und wurde mit einer Geschwindigkeit von $40^{\circ}\text{C}/\text{h}$ bis zu einer Temperatur von 500°C durchgeführt.

Nach dem Anlassen wurde das Material zusammen mit dem Ofen bei einer Abkühlgeschwindigkeit von $110^{\circ}\text{C}/\text{h}$ auf Raumtemperatur abgekühlt.

Die durchschnittliche magnetische Energie des Materials betrug nach vorstehend dargelegter Wärmebehandlung $43,2 \text{ kJ/m}^3$.

Beispiel 8

Die mit einer Zusammensetzung und Technologie nach Beispiel 7 hergestellten Prüflinge wurden einer herkömmlichen Wärmebehandlung unterzogen. Demgemäß betrug die Temperatur der Wärmehaltung 1250°C , ihre Zeitdauer 30 Minuten. Die Abkühlung auf 850°C erfolgte im Luftstrom und die 10 Minuten dauernde Wärmehaltung wurde in einem Salzbad unter Magnetfeldeinfluß durchgeführt. Hiernach wurde das Material unter Verwendung eines Luftstromes auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Anlassen erfolgte auf die im Beispiel 6 dargelegte Weise. Die Art und Weise der Wärmehaltung ist in Fig. 8 dargestellt.

Die durchschnittliche magnetische Energie des so erhaltenen Materials betrug $39,4 \text{ kJ/m}^3$.

In den Figuren wurde die Magnetbehandlung mit einer Doppellinie dargestellt.

Aus vorstehenden Ausführungen ist zu ersehen, daß mit der erfindungsgemäßen Wärmebehandlung bessere Ergebnisse als mit der herkömmlichen Technologie erzielt werden.

können, wobei das Verfahren nach der Erfindung wesentlich einfacher, kürzer und preisgünstiger ist. Bei der in einem Magnetfeld erfolgenden isothermischen Wärmebehandlung ist kein Salz- bzw. Metallbad erforderlich, was ebenfalls eine Vereinfachung der Technologie bedeutet.

Mit den erfindungsgemäßen Verfahren können die Ergebnisse mit Sicherheit reproduziert und die magnetischen Eigenschaften geregelt und verbessert werden. Zur Illustration dieser Tatsache wurden die mit den in den einzelnen Beispielen vorgeführten Technologien erreichten Ergebnisse in folgender Tabelle zusammengefaßt.

	TICONAL	ALNICO
	BH _{max.}	KJ/m ³
nach mehrstufigem kontinuierlichem Anlassen	nach mehrstufigem kontinuierlichem Anlassen	
gegossenes Material	40	46,4
auf pulvermetallurgischem Wege hergestelltes Material	39,4	43,2
	40,4	38,4
		42,4
		41,6

Eine andere grundlegend vorteilhafte Eigenschaft der erfindungsgemäßen Lösung besteht darin, daß das Anlassen der unterschiedlichen Kobaltgehalt aufweisenden Dauermagnetlegierungen im wesentlichen auf die gleiche Weise vorgenommen werden kann. Dies bedeutet, daß die Temperaturregelung des Ofens vereinfacht werden kann und dadurch die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens erhöht wird.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Wärmebehandlung von ausscheidungshärtenden anisotropen Dauermagnetlegierungen, in dessen Verlauf das Material im Temperaturbereich einer einphasigen Lösung bei 1200 - 1300°C homogenisiert, hier nach schnell abgekühlt und darauffolgend angelassen wird, wobei gegebenenfalls zwischen der Homogenisierung und dem Anlassen bei einer Temperatur von 800 - 850°C eine isothermische Magnetfeld-Wärmebehandlung erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß das Anlassen während der von der Homogenisierungstemperatur erfolgenden Abkühlung kontinuierlich in der Weise vorgenommen wird, daß das Material bei einer Temperatur von 650 - 700°C im Ofen mit einer Geschwindigkeit von 20 - 50°C/h auf eine Temperatur von 500°C abgekühlt wird, und das Abkühlen zwischen der Homogenisierungstemperatur und der oberen Temperaturstufe des Anlassens unter Anwendung von Luft oder Schutzgas in einem Magnetfeld erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Abkühlen zwischen der Homogenisierungstemperatur und der oberen Temperaturstufe des Anlassens mit einer Geschwindigkeit von 20 - 150°C/Minute vorgenommen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Abkühlung zwischen der Homogenisierungstemperatur und der isothermischen Behandlung mit einer Geschwindigkeit von 80 - 140°C/Minute vorgenommen wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Abkühlung zwischen der isothermischen Behandlung und der oberen Temperaturstufe des Anlassens mit einer Geschwindigkeit von 60 - 100°C/Minute vorgenommen wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Abkühlung unter der unteren Temperaturstufe des Anlassens mit einer Geschwindigkeit von 100 - 120°C/h vorgenommen wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Anlassen während einer Zeitdauer von 3 - 8 Stunden vorgenommen wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Homogenisierung und/oder die Abkühlung in einer Schutzgasatmosphäre bzw. mittels Schutzgas vorgenommen wird.

- Hierzu 4 Blatt Zeichnungen -

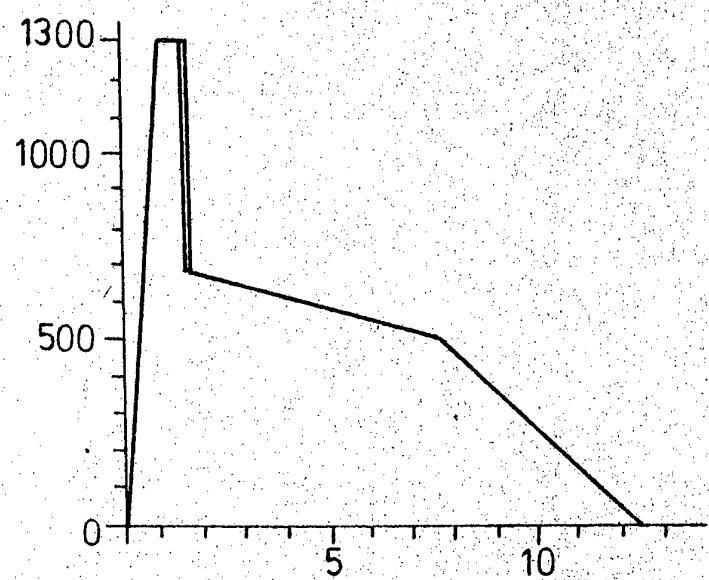


Fig.1

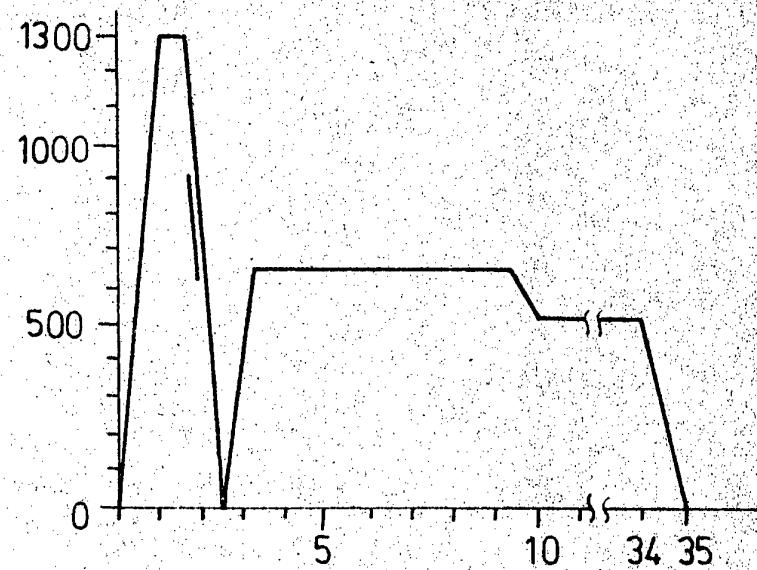


Fig.2

16

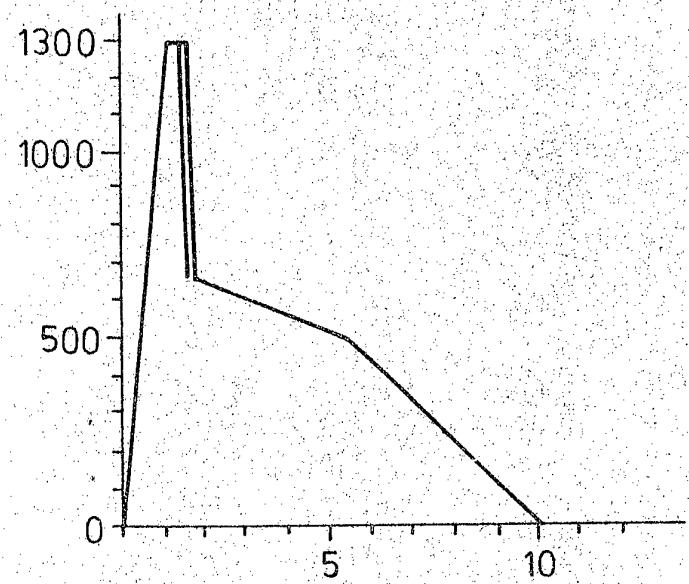


Fig. 3

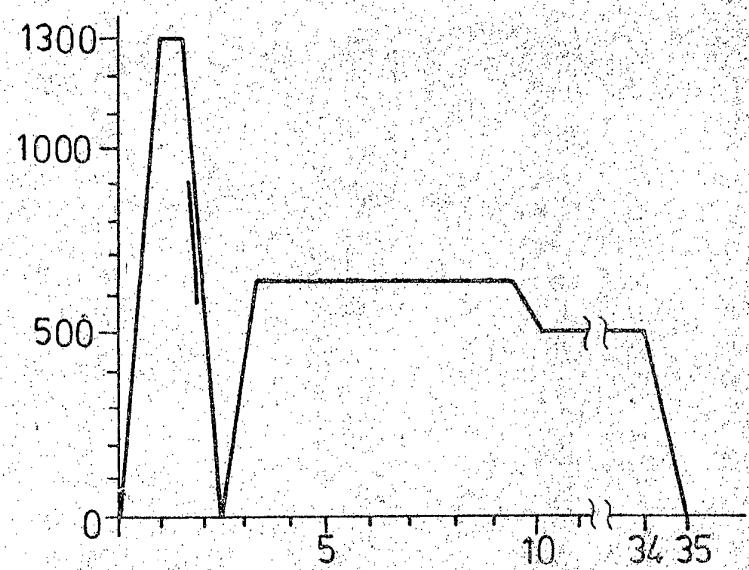


Fig. 4

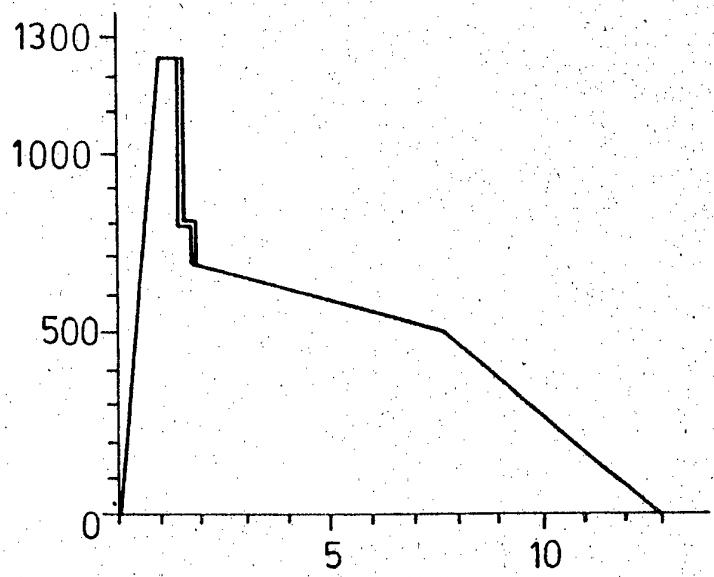


Fig.5

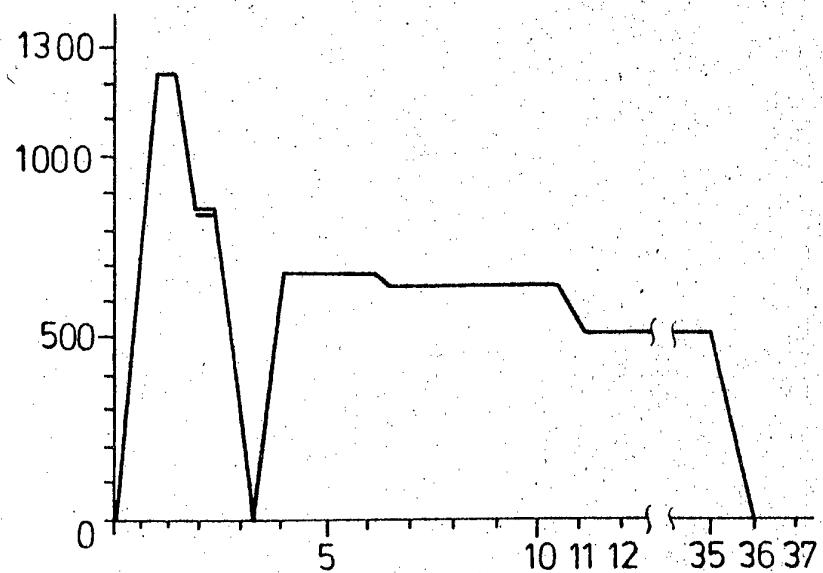


Fig.6

18

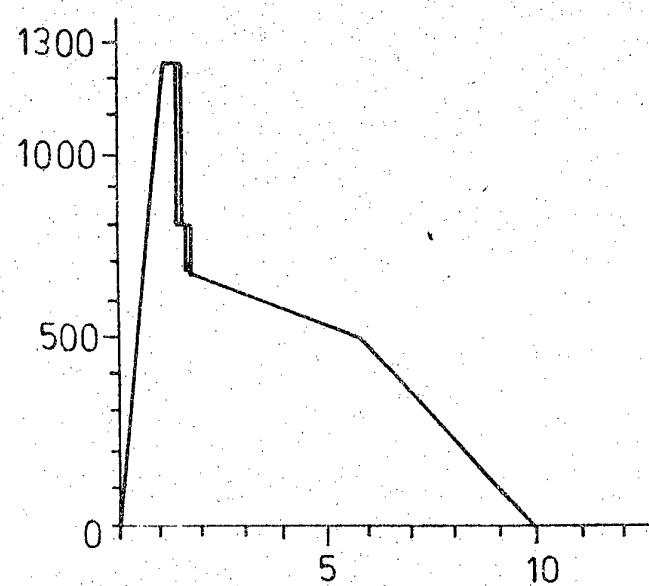


Fig. 7

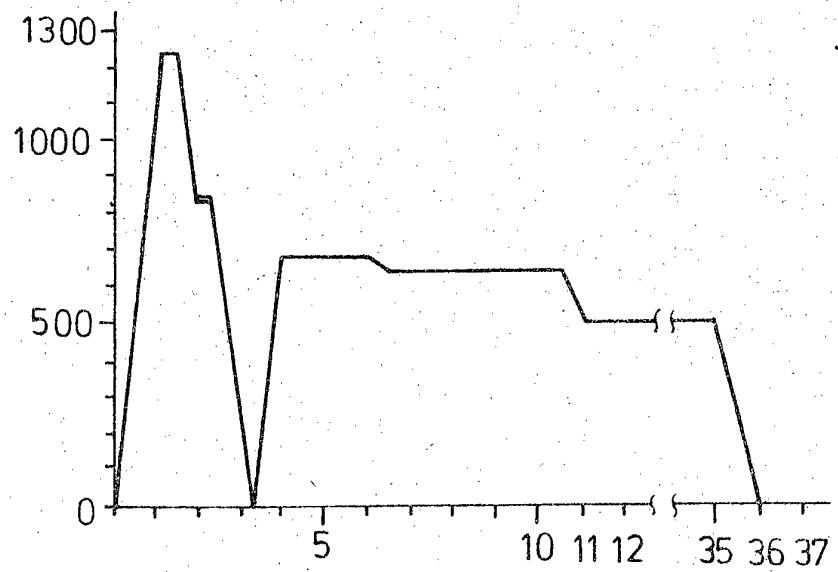


Fig. 8