

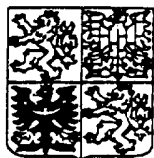
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

281 161

ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLUVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **392-92**

(22) Přihlášeno: 10. 02. 92

(30) Právo přednosti:
11. 02. 91 AT 91/287

(40) Zveřejněno: 15. 12. 93

(47) Uděleno: 14. 05. 96

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17. 07. 96

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:
H 01 F 1/06

(73) Majitel patentu:
VACUUMSCHMELZE GMBH, Hanau, DE;

(72) Původce vynálezu:
Pacher Oskar dr., Graz, AT;
Heiss Siegfried dr., Waldhofen/Ybbs, AT;
Diebold Adolf dipl. Ing., Waldhofen/Ybbs,
AT;

(54) Název vynálezu:
**Slinovaný permanentní magnetický
materiál a způsob jeho výroby**

(57) Anotace:
Magnetická fáze je tvořena povrchově vyhlazenými difuzně zaformovanými zrny o průměru nejvýše 60 μm, která obsahují kobalt v koncentraci 3 až 25 atomových procent a prvky vzácných zemin s podílem prvků lehkých vzácných zemin a prvků těžkých vzácných zemin, přičemž průměrný obsah prvků těžkých vzácných zemin je roven 0,05- až 0,2- násobku, koncentrace kobaltu a místní koncentrace atomů prvků těžkých vzácných zemin podél průřezu zrn je nehomogenní a ve směru k hranici zrn stoupá výhodně nadúměrně, přičemž sintračně aktivní a zrnovazné fáze nebo sintračně aktivní zrnovazné fáze vykazuje respektive vykazují oproti uvedeným zrnům vyšší obsah prvků těžkých vzácných zemin nebo/a vyšší aktivitu prvků těžkých vzácných zemin při difuzní teplotě.

CZ 281 161 B6

Slinovaný permanentní magnetický materiál a způsob jeho výroby

Oblast techniky

Vynález se týká slinovaného permanentního magnetického materiálu, zejména ve formě slinovaného permanentního magnetu, tvořeného magnetickou fází $\text{SE}_2(\text{Fe}, \text{Co})_{14}\text{B}$ a alespoň jednou sintračně aktivní a zrnovaznou fází. Vynález se také týká způsobu výroby uvedeného slinovaného permanentního magnetického materiálu.

Dosavadní stav techniky

Permanentní magnety, popřípadě permanentní magnetické materiály, zhotovené v podstatě ze slitiny železa (Fe), boru (B) a vzácných zemin (SE - Seltene Erde) slinovacím postupem, jsou s výhodou používány v případě, kdy je žádoucí vysoká koercitivní síla, vysoká remanence a/nebo vysoký energetický součin (BH_{max}) permanentních magnetů. Při výrobě těchto permanentních magnetů se nejdříve připraví metalurgicky z taveniny složka, která tvoří nebo která obsahuje permanentní magnetickou fázi typu $\text{SE}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, která se potom převede na prášek a tento prášek se po případném smíšení s přísadami slisuje v magnetickém poli na surový výlisek, který se potom slinuje, přičemž se slinované těleso popřípadě podrobí alespoň jednomu dalšímu tepelnému zpracování.

V evropském patentovém spisu EP-B1-0126802 jsou popsány slinované permanentní magnety typu B-R (R znamená alespoň jeden prvek vzácných zemin včetně yttria), ve kterých je železo částečně nahrazeno kobaltem. Uvedené prvky jsou v průběhu použitého způsobu výroby v magnetické fázi homogenně rozděleny a tepelným zpracováním nebo zráním slinovaného tělesa se má dosáhnout zlepšení magnetických hodnot. Náhradou železa kobaltem se dosáhne zvýšení Curieova bodu popřípadě Curieovy teploty (T_C) magnetického materiálu, přičemž však, jak je známo, dochází se zvyšujícím se obsahem kobaltu v magnetické fázi ke snižování koercitivní síly uvedeného magnetického materiálu, což nepříznivě ovlivňuje shora uvedený energetický součin.

Za účelem získání permanentních magnetů se zlepšenými magnetickými vlastnostmi při okolní teplotě je v evropském patentovém spisu EP-B1-0101552 navrženo použít kobaltu-prostou slitinu s obsahem Fe-B-R, která obsahuje alespoň jednu stabilní sloučeninu ternárního systému Fe-B-R, ve kterém R znamená alespoň jeden prvek vzácných zemin včetně yttria. Hlavní magnetická fáze musí přitom být intermetalickou sloučeninou s konstantním složením, což předpokládá homogenní rozdělení legovacích prvků v uvedené hlavní magnetické fázi. Nehledě na vysoké náklady spojené s výrobou takové homogenní výchozí slitiny a na značný rozptyl magnetických hodnot magnetických materiálů, které byly připraveny slinovacím postupem, dochází u uvedeného kobaltu-prostého magnetického materiálu k významnému zhoršení magnetických parametrů při teplotě stoupající v teplotním rozmezí od okolní teploty a do teploty 200 °C, přičemž Curieova bodu je v tomto případě dosaženo již při teplotě asi 300 °C.

Dále je z evropského patentového spisu EP-A1-0265006 znám způsob výroby slinovaných permanentních magnetů, při kterém se stechiometricky složený krystalický materiál $\text{RE}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$ (RE zde znamená prvek vzácných zemin) mele s dalším materiálem, přičemž tento další materiál vytvoří v průběhu tepelného zpracování, popřípadě v průběhu slinovacího postupu na povrchu zrn magnetické fáze $\text{RE}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$ druhou, nemagnetickou tekutou fází. Tím se má dosáhnout toho, že je možné nastavit přesné chemické složení při homogenním rozdělení všech prvků magnetické fáze v magnetickém materiálu nezávisle na uvedené druhé fázi, která může mít zvláštní tavně-technické vlastnosti a/nebo složení. Nevýhodou této formy provedení však je, že vyžaduje značné náklady spojené s přípravou slitiny a že takto připravený materiál vykazuje špatnou reprodukovatelnost magnetických hodnot.

Cílem vynálezu je odstranit shora uvedené nedostatky známých magnetů nebo magnetických materiálů obsahujících prvky vzácných zemin a způsobů jejich výroby a získat slinované permanentní magnety, které by vykazovaly vysoké magnetické nasycení, vysokou koercitivní sílu a vysoký energetický součin při dobré tepelné stabilitě a vysokém Curieovu bodu. Cílem vynálezu je také nový zlepšený způsob výroby slinovaných permanentních magnetů, majících vysoké magnetické parametry a snížený rozptyl magnetických vlastností.

Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je slinovaný permanentní magnetický materiál, zejména ve formě slinovaného permanentního magnetu, tvořený magnetickou fází $\text{SE}_2(\text{Fe,Co})_{14}\text{B}$ a alespoň jednou sintračně aktivní a zrnovaznou tkání, jehož podstata spočívá v tom, že magnetická fáze je tvořena povrchově vyhlazenými, difusně zaformovanými zrny o průměru nejvýše 60 μm , výhodně nejvýše 45 μm , zejména 3 až 30 μm , která obsahují kobalt v koncentraci 3 až 25 atomových procent, výhodně 6 až 20 atomových procent, zejména 8 až 14 atomových procent, a prvky vzácných zemin s podílem prvků lehkých vzácných zemin a prvků těžkých vzácných zemin, přičemž průměrný obsah prvků těžkých vzácných zemin je roven 0,05- až 0,2-násobku, výhodně 0,06- až 0,15-násobku, zejména 0,1-násobku, koncentrace kobaltu a místní koncentrace atomů prvků těžkých vzácných zemin podél průřezu zrn je nehomogenní a ve směru k hranici zrn stoupá, výhodně nadúměrně, přičemž sintrační aktivní a zrnovazná fáze vykazuje respektive vykazují oproti uvedeným zrnům vyšší obsah prvků těžkých vzácných zemin a/nebo vyšší aktivitu prvků těžkých vzácných zemin při difuzní teplotě. Výrazem "stoupá nadúměrně" se zde rozumí, že v následujících jednotkách délky, nacházejících se na kolmici k hranici zrna, nestoupá koncentrace o vždy stejný přírůstek, ale více, než by odpovídalo takovému úměrnému stoupání koncentrace atomů prvků těžkých vzácných zemin.

Obsah prvků těžkých vzácných zemin je výhodně alespoň částečně tvořen atomy těžkých vzácných zemin zabudovanými do zrn difuzí.

Materiál podle vynálezu má výhodně koncentraci atomů těžkých vzácných zemin na hranici zrn, která činí alespoň 3-násobek,

výhodněji alespoň 4,5-násobek, zejména alespoň 6-násobek, koncentrace atomů těžkých vzácných zemin uvnitř zrna.

Oblast zvýšené koncentrace atomů těžkých vzácných zemin na hranici zrn má výhodně tloušťku 0,05 až 1 μm , výhodněji 0,09 až 0,9 μm , zejména 0,2 až 0,4 μm .

Sintračně aktivní a zrnovazná fáze nebo sintračně aktivní a zrnovazné fáze má respektive mají výhodně oproti magnetické fázi průměrně o alespoň 25 %, výhodněji o alespoň 35 %, zejména o alespoň 80 % vyšší koncentraci prvků vzácných zemin a o alespoň 90 %, výhodněji o alespoň 140 %, zejména o alespoň 190 % vyšší koncentraci prvků těžkých vzácných zemin.

Předmětem vynálezu je také způsob výroby shora uvedeného slinovaného permanentního materiálu, při kterém se alespoň složka tvořící nebo obsahující magnetickou fázi typu $\text{SE}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$ připraví metalurgicky z taveniny a tato složka se potom převede na prášek a tento prášek se s přísadami slisuje v magnetickém poli a následně slinuje za vzniku magnetizovatelného surového železa, které se potom popřípadě tepelně zpracuje, jehož podstata spočívá v tom, že složka tvořící nebo obsahující magnetickou fázi se připraví roztavením a odlitím slitiny mající 8 až 30 atomových procent vzácných zemin, 2 až 28 atomových procent boru, přičemž zbytek je tvořen železem, kobaltem a popřípadě dalšími legujícími prvky a nečistotami, přičemž v této slitině je kobalt přítomen v koncentraci 3 až 25 atomových procent, výhodně 6 až 20 atomových procent, zejména 8 až 14 atomových procent, a podíl vzácných zemin je tvořen lehkými vzácnými zeminami a těžkými vzácnými zeminami, a tato složka se potom převede na prášek s velikostí zrna menší než 60 μm , výhodněji, výhodně menší než 45 μm , zejména s velikostí zrna 3 až 30 μm , potom se do tohoto prášku vnesou přísady obsahující jednu nebo více těžkých vzácných zemin a tyto přísady se v prášku homogenně rozdělí, potom se získaná směs slisuje v magnetickém poli na surový výlisek, který se potom slinuje a takto získané slinuté těleso se potom difusně žihá a popřípadě následně podrobí alespoň jednomu tepelnému zpracování.

Výhodně se frakce těžkých vzácných zemin podílu vzácných zemin slitiny nastaví v závislosti na koncentraci kobaltu.

Výhodně se obsah těžkých vzácných zemin ve slitině nastaví na 0,02- až 0,19-násobek, výhodněji 0,06 až 0,12-násobek, zejména 0,08-násobek koncentrace kobaltu, vyjádřeno v atomových procentech.

Do prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi se výhodně vnese práškovitá přísada nebo práškovité přísady s velikostí zrna menší než 5 μm , výhodněji menší než 1 μm , zejména menší než 0,5 μm , a tato přísada nebo přísady se v uvedeném prášku homogenně rozdělí.

Výhodně se do prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi vnese, popřípadě vnesou práškovitá přísada nebo práškovité přísady s velikostí zrna, která je menší než 15 %, výhodněji menší než 9 %, zejména menší než 2 % velikosti zrna prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi.

Výhodně se do prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi vnese, popřípadě vnesou přísada nebo přísady v alespoň částečně kapalně formě, výhodně chemické, zejména organokovové sloučeniny, které při zahřátí tvoří oxidy nebo/a nitridy nebo/a karbidy, a tato přísada nebo přísady se v uvedeném prášku homogenně rozdělí.

Homogenní rozdělení přísady nebo přísad v uvedeném prášku obsahujícím nebo tvořícím magnetickou fázi se výhodně provede mletím.

Jako přísada nebo jako přísady se výhodně použije, popřípadě použijí látka nebo látky, které mají oproti zrnům prášku alespoň o 25 %, výhodněji alespoň o 35 %, zejména o alespoň 80 % vyšší koncentraci vzácných zemin a alespoň o 100 %, výhodněji o 150 %, zejména o 200 % vyšší koncentraci těžkých vzácných zemin.

Výhodně se slinuté těleso vyrobené slinováním surového výlisku difusně žihá a že se atomy těžkých vzácných zemin ze sintračně aktivní zrnovazné fáze obsahující uvedenou přísadu nebo přísady nebo tvořené těmito přísadami nechají difuzí zabudovat do povrchové oblasti zrn.

Výhodně se v zrnech vytvoří nehomogenní, zejména ve směru k hranici zrna stoupající, koncentrace atomů těžkých vzácných zemin.

Výhodně se difuzní žihání slinutého tělesa provádí při teplotě, která je nižší než slinovací teplota, a která leží v teplotním rozmezí 600 až 1 100 °C, výhodněji v teplotním rozmezí 800 až 1 050 °C, zejména v teplotním rozmezí 900 až 1 000 °C.

Výhodně se difuzní žihání provádí po dobu 1 až 12 hodin, výhodněji po dobu 2 až 8 hodin, zejména po dobu 3 až 5 hodin, přičemž při nižších teplotách zpracování se použije delší doby zpracování.

Výhodně se slinuté těleso vyrobené slinováním surového výlisku difusně žihá a zrna se povrchově vyhladí a difusně zafor-
nují.

U slinutého permanentního magnetického materiálu a při provádění způsobu jeho výroby se synergicky dosáhne celé řady výhod, přičemž se dalekosáhle potlačí nežádoucí účinky jednotlivých opatření a významně se zvýší soubor magnetických vlastností takto získaného permanentního magnetu nebo magnetického materiálu, uvažovaných jako celek. Vědecké zdůvodnění těchto kombinačních účinků a jejich příčiny nejsou dosud zcela objasněny. Přitom se však v podstatě jedná o fyzikálně chemické účinky ve spojení s magnetokinetikou.

Příklad provedení vynálezu

Podle vynálezu jsou magnetické fáze povrchově vyhlazena, popřípadě difusně zaformována do sintračně aktivních a zrnovazných fází při snížení jejich povrchové energie, a mají průměr nejvýše rovný 60 μm , avšak alespoň rovný 3 μm . Takto vytvořenými

povrchy zrn se z energetických důvodů alespoň ztíží tvorba doménových stěn a/nebo posuny doménových stěn, čímž se obecně dosáhne zlepšení koercitivní síly. Důležitější však je dodržení odpovídající velikosti zrna magnetické fáze, protože bylo zjištěno, že průměr zrna větší než $60\text{ }\mu\text{m}$ a menší než $3\text{ }\mu\text{m}$ vede k poklesu koercitivní síly, popřípadě magnetické indukce.

Zvláštním znakem permanentních magnetů nebo magnetických materiálů podle vynálezu je částečná náhrada železa (Fe) kobaltem (Co) v magnetické fázi obsahující bor (B), lehké vzácné zeminy (LSE) a těžké vzácné zeminy (SSE), přičemž průměrný obsah těžkých vzácných zemin je nastaven v magnetické fázi na určitou hodnotu, která je závislá na koncentraci kobaltu v magnetické fázi. Je známo, že obsah kobaltu v magnetické fázi způsobuje malé zvýšení magnetizace a zvýšení Curieova bodu, přičemž však přitom dochází ke snížení koercitivní síly, popřípadě magnetické indukce, což může vést k nízkému energetickému součinu (BH_{max}) magnetu, a tím i ke zhoršení magnetických vlastností jako celku. Tyto jevy mohou být vysvětleny tím, že atomy kobaltu v tetragonální krystalické struktuře způsobují při okolní teplotě přeorientování magnetických momentů ve směru základní roviny a že je zhoršena jednoosá magnetokrystalická anisotropie. Zcela překvapivě bylo nyní zjištěno, že tyto nevýhody náhrady železa kobaltem mohou být zcela odstraněny nebo alespoň minimalizovány tím, že magnetická fáze obsahuje určitý, na koncentraci kobaltu závislý podíl těžkých vzácných zemin, přičemž zbytek podílu vzácných zemin je tvořen lehkými vzácnými zeminami. To může mít souvislost s tím, že magnetické momenty lehkých vzácných zemin, zejména výhodně použitelného neodymu (Nd) a praseodymu (Pr) jsou vyrovnány rovnoběžně s železem, tedy ferromagneticky, zatímco magnetické momenty těžkých vzácných zemin mají magnetické momenty, nacházející se v antiparalelním směru vůči železu a tedy v antiferromagnetickém směru.

Jako obzvláště účinný a výhodně použitelný se z těžkých vzácných zemin ukázal prvek dysprosium (Dy), protože mezi jinými silně snižuje antiferromagnetickou kopulací anisotropii intenzity pole. Je však důležité, obsah těžkých vzácných zemin odpovídal alespoň 0,05-násobku obsahu kobaltu, protože nižší koncentrace těžkých vzácných zemin způsobuje snížení koercitivní síly. Vyšší obsah těžkých vzácných zemin než 0,2-násobek obsahu kobaltu vede ke snížení magnetického nasycení.

V případě, kdy podle vynálezu ještě navíc místní koncentrace atomů těžkých vzácných zemin není podél průřezu zrn homogenní a zejména, když stoupá ve směru k povrchově vyhlazené hranici zrna, se dosáhne snížení tvorby doménových stěn a/nebo posunu doménových stěn, což má za následek další zvýšení koercitivní síly a proto i energetického součinu BH_{max} . Jako obzvláště účinná se ukázala alespoň 3-krát vyšší koncentrace atomů těžkých vzácných zemin v oblasti nejvýše $1\text{ }\mu\text{m}$ na hranici zrna.

Dalším obzvláště důležitým znakem permanentních magnetů podle vynálezu je to, že sintračně aktivní, popřípadě zrno-vázající a v podstatě paramagnetická fáze má oproti tvrdé magnetické fázi vyšší obsah těžkých vzácných zemin a/nebo vyšší aktivitu těžkých vzácných zemin při difusní teplotě. Obzvláště dobré magnetické

vlastnosti byly získány v případě, kdy koncentrace vzácných zemin v uvedené zrno-vázající fázi je v průměru o alespoň 25 % vyšší a koncentrace těžkých vzácných zemin v zrno-vázající fázi je v průměru o alespoň 90 % vyšší než v magnetické fázi.

Při způsobu podle vynálezu se tvrdá magnetická fáze typu $\text{SE}_2(\text{FeCo})_{14}$ připraví roztavením a odlitím slitiny obsahující 8 až 30 atomových procent vzácných zemin, tvořených těžkými vzácnými zeminami a lehkými vzácnými zeminami, 2 až 28 atomových procent boru a 3 až 25 atomových procent kobaltu, přičemž zbytek je tvořen železem a popřípadě dalšími legujícími prvky a nečistotami, a takto získaná složka tvořící nebo obsahující tvrdou magnetickou fázi se potom převede na prášek s velikostí zrna v rozmezí 3 až 60 μm . Do tohoto prášku se vnesou přísady obsahující alespoň jeden prvek těžkých vzácných zemin, výhodně v množství 5 až 15 procent hmotnostních, a tyto přísady se v uvedeném prášku homogenně rozdělí. Aby povrchy práškových zrn a přísady vstoupily do vzájemně dobrého styku, je u pevných přísad žádoucí, aby jejich průměr byl nižší než 5 μm , popřípadě menší než 15 % průměru práškových zrn, čehož se popřípadě dosáhne dalším mletím. Uvedené přísady mohou být také vneseny v tekuté formě, například jako sloučeniny vzácných zemin.

Ve výchozím materiálu prášku se nastaví tavně-metalurgickou cestou obsah těžkých vzácných zemin v závislosti na obsahu kobaltu a sice tak, aby obsah těžkých vzácných zemin činil 0,02- až 0,19-násobek obsahu kobaltu. Obsah těžkých vzácných zemin v přísadě by měl být alespoň o 100 % větší než obsah těžkých vzácných zemin v prášku obsahujícím nebo tvořícím tvrdou magnetickou fázi.

Z uvedeného prášku s přísadami se v magnetickém poli vylisuje surový výlisek, který se slinuje při zvýšené teplotě, výhodně ve vakuu nebo popřípadě pod ochrannou atmosférou. Uvedené přísady přitom získají alespoň částečně kapalnou nebo pastovitou konzistenci, v podstatě obalí jádra magnetická fáze a působí jako sintračně aktivní, popřípadě zrno-vázající činidlo, které dokonale vyplní hrany a trhliny zrn magnetické fáze a prostory mezi zrna magnetické fáze. Přitom je důležité, aby slinovací teplota byla krátkodobě natolik vysoká, aby roztavila uvedené sintračně aktivní činidlo do té míry, že bude dostatečně tekuté, aby bylo schopné vyplnit, popřípadě obalit trhliny a konkávní duté prostory s ostrými hranami povrchových ploch uvedených zrn.

Po slinování se slinuté těleso podrobí difusnímu zpracování, popřípadě difusnímu žíhání při teplotě, která je nižší než slinovací teplota a která je zvolena z teplotního rozmezí 600 až 1100 $^{\circ}\text{C}$, po dobu 1 až 12 hodin. Sintračně aktivní, popřípadě zrno-vázající hmota, popřípadě fáze přitom vykazuje dostatečný stupeň pevnosti, což zajišťuje tvarovou stabilitu slinutého tělesa. Tímto difusním zpracováním slinutého tělesa, které bezprostředně navazuje na slinovací proces, se u zrn dosáhne povrchových struktur a koncentračních profilů atomů, které jsou výhodné pro magnetické vlastnosti vyrobených permanentních magnetů nebo permanentních magnetických materiálů. Ostré hrany na povrchu zrn tvořících nebo obsahujících tvrdou magnetickou fázi, k jejichž vytvoření došlo v průběhu mletí za účelem získání částic s menší velikostí zrna, se vyhladí, protože hrany a špičky představují

energetické nepravidelnosti a právě v jejich oblasti dochází k zesílené difuzi atomů. Toto zaformování zrn, popřípadě tato místně řízená difuze atomů má za následek zmenšení, popřípadě minimalizaci povrchové energie zrn. Získáním vyhlazených povrchů zrn tvrdé magnetické fáze se, vztaženo na změnu směru magnetických momentů, účinně sníží tvorba nových doménových stěn, ke které výhodně dochází právě na uvedených hranách a špičkách povrchu zrn magnetické fáze. Přitom je však důležitá určitá výše uvedená velikost zrna a rozhodující je také dostatečné vyplnění zejména trhlin a dutých konkávních prostorů s ostrými hranami, nacházejících se na povrchu zrn magnetické fáze, sintračně aktivní hmotou, případně fází.

Vzhledem k nastavené koncentračnímu rozdílu mezi obsahem těžkých vzácných zemin v tvrdé magnetické fázi a obsahem těžkých vzácných zemin v zrno-vázající, v podstatě paramagnetické fázi dochází při difusním zpracování také k pronikání atomů těžkých vzácných zemin ze zrno-vázající fáze do magneto-krystalické fáze. Protože u difundujících prvků, například u hliníku, dochází k rychlému, prakticky bezprostřednímu vyrovnaní koncentrací, bylo překvapující, že zde dochází k obohacení hranice zrna, popřípadě oblasti hranice zrna atomy těžkých vzácných zemin, přičemž v této hraniční oblasti zrna je alespoň 3 krát vyšší koncentrace atomů těžkých vzácných zemin uvnitř zrna, čímž se vytvoří nehomogenní koncentrace atomů těžkých vzácných zemin podél průřezu jader tvrdé magnetické fáze. Přitom je důležité volit parametry difusního zpracování tak, aby tloušťka se zvýšenou koncentrací atomů těžkých vzácných zemin činila alespoň $0,05\ \mu\text{m}$, avšak nejvýše $1\ \mu\text{m}$. Menší tloušťky způsobují jen nerozhodující další omezení tvorby doménových stěn a/nebo pohyblivost doménových stěn, a tím i nepatrné zvýšení koercitivní síly; větší tloušťky redukuje dosažitelné magnetické nasycení a zmenšují energetický součin BH_{max} permanentního magnetu.

Příklady provedení vynálezu

V následující části popisu bude vynález blíže objasněn pomocí dále uvedených tabulek 1 a 2, ve kterých jsou uvedeny obsahy legujících složek a střední hodnoty měření magnetických veličin permanentních magnetů.

V tabulce 1 jsou uvedeny magnetické hodnoty srovnávacích magnetů a magnetických materiálů s rozličným složením. Tyto permanentní magnety byly vyrobeny následovně: výchozí materiál byl vyroben z taveniny metalurgicky. Tento výchozí materiál byl potom rozemlet na prášek, získaný prášek byl v magnetickém poli slisován na surový výlisek, který byl potom slinován, tepelně zpracován a zmagnetizován. Složení a naměřené magnetické hodnoty tělísek permanentních magnetů (srovnávací magnety) jsou uvedeny v následující tabulce pod označeními A až F.

Tabulka 1

Složení slinovaných srovnávací magnetických materiálů						Magnetické hodnoty			
Obsah vzácných zemin						iHc (kA/m)	BH _{max} (kJ/m ³)	Mr (T)	T _C (°C)
	Nd (at.%)	Dy (at.%)	Fe (at.)	Co (at.%)	B (at.%)				
A	15,4	-	77,8	-	6,77	750	280	1,21	305
B	14,5	0,3	71,6	5,2	7,1	1 117	258	1,18	339
C	14,5	1,5	66,5	10,6	7,0	1 023	246	1,13	388
D	14,6	1,0	63,9	13,1	6,82	1 010	245	1,15	397
E	14,5	1,5	57,1	19,8	7,0	904	238	1,12	448
F	14,4	0,9	52,8	24,3	6,9	715	235	1,12	453

V následující tabulce 2 jsou uvedeny pod čísly 1 až 14 permanentní magnety nebo magnetické materiály podle vynálezu. Analytická stanovení byla provedena transmisí elektronovou mikroskopií (TEM). Obsah těžkých vzácných zemin (průměrný) byl přitom získán vypočtením průměrné hodnoty z bodových a rozsahových měření provedených podél průřezu zrna magnetické fáze.

Tabulka 2

Tvrdá magnetická fáze					Zrno-vázající fáze		Magnetické hodnoty				Č
Průměr zrna (střední hodnota) (μm)	Obsah kobaltu (at.%)	Obsah těžkých vzácných zemin (at.%)	Oblast hranice zrna (μm)	Obsah těžkých vzácných zemin (at.%)	Obsah vzácných zemin (at.%)	Obsah těžkých vzácných zemin (at.%)	iHc (kA/m)	BH _{max} (kJ/m ³)	Mr (T)	T _C (°C)	
6	2,2	0,4	0,08	5,8	16	15,1	855	275	1,21	332	1
20	5,3	0,03	0,06	0,4	21	7,2	900	275	1,20	340	2
15	8,1	0,8	0,08	3,6	27,5	26,6	1 450	265	1,20	373	3
4	10,1	1,2	0,1	6,1	28	24,3	1 520	253	1,16	384	4
11	10,8	0,6	0,8	2,1	24	18,8	1 160	280	1,21	388	5
16	10,4	0,8	0,09	5,4	20,1	21,6	1 450	260	1,18	386	6
18	10,3	1,9	0,6	5,9	19	24,7	1 685	225	1,10	382	7
8	12,6	1,8	0,2	8,2	26	19,3	1 450	260	1,18	396	8
21	12,5	0,7	0,4	6,3	14,8	19,6	1 320	290	1,22	390	9
13	15,5	1,5	0,9	5,0	20	17,3	1 150	280	1,21	408	10
9	15,8	1,2	0,5	5,5	34	21,9	1 495	273	1,16	412	11
21	20,4	3,8	0,05	14,2	27	26,0	1 350	240	1,15	458	12
7	23,8	2,2	0,1	16,1	24	22,5	1 415	205	1,01	464	13
17	24,6	1,5	0,8	12,6	27	18,2	515	235	1,22	478	14

U permanentních magnetů podle vynálezu bylo obsahem kobaltu dosaženo zvýšení Curieova bodu a intenzity magnetického pole, popřípadě magnetizace, přičemž dalšími opatřeními byla udržena vysoká hodnota koercitivní síly, popřípadě indukce, což synergeticky vedlo ke zvýšenému energetickému součinu. U dosud obvyklých magnetů bez obsahu kobaltu se dosahuje vysoké koercitivní síly při nízkých Curieových teplotách; u magnetů s vysokým obsahem kobaltu se sice dosahuje vysoké magnetizace při vysokých Curieových teplotách, avšak magnetický energetický součin je v obou případech relativně nízký.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Slinovaný permanentní magnetický materiál, zejména ve formě slinovaného permanentního magnetu, tvořený magnetickou fází $\text{SE}_2(\text{Fe},\text{Co})_{14}\text{B}$ a alespoň jednou sintračně aktivní a zrnovaznou fází, **v y z n a č e n ý t í m**, že magnetická fáze je tvořena povrchově vyhlazenými, difuzně zaformovanými zrny o průměru nejvýše 60 μm , výhodně nejvýše 45 μm , zejména 3 až 30 μm , která obsahují kobalt v koncentraci 3 až 25 atomových procent, výhodně 6 až 20 atomových procent, zejména 8 až 14 atomových procent, a prvky vzácných zemin s podílem prvků lehkých vzácných zemin a prvků těžkých vzácných zemin, přičemž průměrný obsah prvků těžkých vzácných zemin je roven 0,05- až 0,2-násobku, výhodně 0,06- až 0,15-násobku, zejména 0,1-násobku, koncentrace kobaltu a místní koncentrace atomů prvků těžkých vzácných zemin podél průřezu zrn je nehomogenní a ve směru k hranici zrn stoupá, výhodně nadůměrně, přičemž sintračně aktivní a zrnovazná fáze nebo sintračně aktivní a zrnovazné fáze vykazuje, respektive vykazují oproti uvedeným zrnům vyšší obsah prvků těžkých vzácných zemin nebo/a vyšší aktivitu prvků těžkých vzácných zemin při difuzní teplotě.
2. Slinovaný permanentní magnetický materiál podle nároku 1, **v y z n a č e n ý t í m**, že obsah prvků těžkých vzácných zemin magnetické fáze je alespoň částečně tvořen atomy těžkých vzácných zemin zabudovanými do zrn difuzí.
3. Slinovaný permanentní magnetický materiál podle nároků 1 nebo 2, **v y z n a č e n ý t í m**, že má koncentraci atomů těžkých vzácných zemin na hranici zrn, která činí alespoň 3-násobek, výhodně alespoň 4,5-násobek, zejména alespoň 6-násobek, koncentrace atomů těžkých vzácných zemin uvnitř zrna.
4. Slinovaný permanentní magnetický materiál podle nároků 1 až 3, **v y z n a č e n ý t í m**, že oblast zvýšené koncentrace atomů těžkých vzácných zemin na hranici zrn má tloušťku 0,05 až 1 μm , výhodně 0,09 až 0,9 μm , zejména 0,2 až 0,4 μm .
5. Slinovaný permanentní magnetický materiál podle nároků 1 až 4, **v y z n a č e n ý t í m**, že sintračně aktivní a zrnovazná fáze nebo sintračně aktivní a zrnovazné fáze má, respektive mají oproti magnetické fázi průměrně o alespoň 25 %,

výhodně o alespoň 35 %, zejména o alespoň 80 % vyšší koncentraci prvků vzácných zemin a o alespoň 90 %, výhodně o alespoň 140 %, zejména o alespoň 190 % vyšší koncentraci prvků těžkých vzácných zemin.

6. Způsob výroby slinovaného permanentního materiálu s obsahem vzácných zemin podle nároku 1, při kterém se alespoň složka tvořící nebo obsahující magnetickou fázi typu $\text{SE}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$ připraví metalurgicky z taveniny a tato složka se potom převede na prášek a tento prášek se s přísadami slisuje v magnetickém poli a následně slinuje za vzniku magnetizovatelného surového železa, které se potom popřípadě tepelně zpracuje, **v y z n a č e n ý t í m**, že složka tvořící nebo obsahující magnetickou fázi se připraví roztavením a odlitím slitiny obsahující 8 až 30 atomových procent vzácných zemin, 2 až 28 atomových procent boru, přičemž zbytek je tvořen železem, kobaltem a popřípadě dalšími legujícími prvky a nečistotami, přičemž v této slitině je kobalt přítomen v koncentraci 3 až 25 atomových procent, výhodně 6 až 20 atomových procent, zejména 8 až 14 atomových procent, a podíl vzácných zemin je tvořen lehkými vzácnými zeminami a těžkými vzácnými zeminami, a tato složka se potom převede na prášek s velikostí zrna menší než 60 μm , výhodně menší než 45 μm , zejména s velikostí zrna 3 až 30 μm , potom se do tohoto prášku vnesou přísady obsahující jednu nebo více těžkých vzácných zemin a tyto přísady se v prášku homogenně rozdělí, potom se získaná směs slisuje v magnetickém poli na surový výlisek, který se potom slinuje a takto získané slinuté těleso se potom difuzně žihá a popřípadě následně podrobí alespoň jednomu tepelnému zpracování.
7. Způsob podle nároku 6, **v y z n a č e n ý t í m**, že se frakce těžkých vzácných zemin podílu vzácných zemin slitiny nastaví v závislosti na koncentraci kobaltu.
8. Způsob podle nároků 6 nebo 7, **v y z n a č e n ý t í m**, že se obsah těžkých vzácných zemin ve slitině nastaví na 0,02- až 0,19-násobek, výhodně 0,06 až 0,12-násobek, zejména 0,08-násobek koncentrace kobaltu, vyjádřeno v atomových procentech.
9. Způsob podle některého z nároků 6 až 8, **v y z n a č e n ý t í m**, že se do prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi vnese práškovitá přísada nebo práškovité přísady s velikostí zrna menší než 5 μm , výhodně menší než 1 μm , zejména menší než 0,5 μm , a tato přísada nebo přísady se v uvedeném prášku homogenně rozdělí.
10. Způsob podle některého z nároků 6 až 9, **v y z n a č e n ý t í m**, že se do prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi vnese, popřípadě vnesou práškovitá přísada nebo práškovité přísady s velikostí zrna, která je menší než 15 %, výhodně menší než 9 %, zejména menší než 2 % velikosti zrna prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi.
11. Způsob podle některého z nároků 6 až 8, **v y z n a č e n ý t í m**, že se do prášku obsahujícího nebo tvořícího magnetickou fázi vnese, popřípadě vnesou, přísada nebo přísady v ales-

poň částečně kapalně formě, výhodně chemické, zejména organo-kovové sloučeniny, které při zahřátí tvoří oxidy a/nebo nitridy a/nebo karbidy, a tato přísada nebo přísady se v uvedeném prášku homogenně rozdělí.

12. Způsob podle některého z nároků 6 až 11, v y z n a č e n ý t í m, že se homogenní rozdělení přísady nebo přísad v uvedeném prášku obsahujícím nebo tvořícím magnetickou fází provede mletím.
13. Způsob podle některého z nároků 6 až 12, v y z n a č e n ý t í m, že se jako přísada nebo jako přísady použije, popřípadě použijí, látka nebo látky, které mají oproti zrnům prášku alespoň o 25 %, výhodně alespoň o 35 %, zejména o alespoň 80 % vyšší koncentraci vzácných zemin a alespoň o 100 %, výhodně o 150 %, zejména o 200 % vyšší koncentraci těžkých vzácných zemin.
14. Způsob podle některého z nároků 6 až 13, v y z n a č e n ý t í m, že se slinuté těleso vyrobené slinováním surového výlisku difuzně žihá a že se atomy těžkých vzácných zemin ze sintračně aktivní zrnovazné fáze obsahující uvedenou přísadu nebo přísady nebo tvořené těmito přísadami nechají difuzí zabudovat do povrchové oblasti zrn.
15. Způsob podle některého z nároků 6 až 14, v y z n a č e n ý t í m, že se v zrnech vytvoří nehomogenní, zejména ve směru k hranici zrna stoupající, koncentrace atomů těžkých vzácných zemin.
16. Způsob podle některého z nároků 6 až 15, v y z n a č e n ý t í m, že se difuzní žihání slinutého tělesa provádí při teplotě, která je nižší než slinovací teplota, a která leží v teplotním rozmezí 600 až 1 100 °C, výhodně v teplotním rozmezí 800 až 1 050 °C, zejména v teplotním rozmezí 900 až 1 000 °C.
17. Způsob podle některého z nároků 6 až 15, v y z n a č e n ý t í m, že se difuzní žihání provádí po dobu 1 až 12 hodin, výhodně po dobu 2 až 8 hodin, zejména po dobu 3 až 5 hodin, přičemž při nižších teplotách zpracování se použije delší doby zpracování.
18. Způsob podle některého z nároků 6 až 17, v y z n a č e n ý t í m, že se slinuté těleso vyrobené slinováním surového výlisku difuzně žihá a zrna se povrchově vyhladí a difuzně zaformují.

Konec dokumentu
