

mc/

Boothby-Bozorth-Wenny, Jr.

Caso 2-7-2

193410

193410

-3J



P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

WESTERN ELECTRIC COMPANY, INCORPORATED - de nacionalidad norteamericana - domiciliada en NEW YORK (E. U.) 195

Broadway,

por:

" Procedimiento para elaborar materiales magnéticos de gran permeabilidad ".

====:OO:====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Este invento se refiere a un método o procedimiento para elaborar materiales magnéticos nuevos dotados de permeabilidad superior a la corriente, escasa fuerza coercitiva y

-3 JUN 1934



193410

reducida pérdida por histéresis.

5 Aunque en estos últimos años ha sido constante el empeño por producir materiales magnéticos de permeabilidad cada vez mayor, la máxima permeabilidad registrada en las publicaciones con referencia a los materiales anteriores al presente invento ha sido de 40.000 a poco más de 50.000. Según este invento, se han producido materiales con permeabilidades hasta de 185.000, a 20 gausses, y en los cuales la permeabilidad inicial obtenida por extrapolación se estima en no menos de 170.000. Cuando el método del presente invento se ha aplicado para conseguir la máxima permeabilidad absoluta en vez de la máxima permeabilidad inicial, ha sido posible llegar a permeabilidades máximas hasta de 1.500.000. Por medio de un tratamiento adecuado se han obtenido fuerzas coercitivas no mayores de 0,0015 oersted. Es evidente que cifras tan espectaculares denotan un adelanto enormemente significativo en la materia.

15 Estos notables resultados se han logrado con ciertas aleaciones de níquel-hierro-molibdeno. El procedimiento mediante el cual se han comunicado a estas aleaciones tales propiedades comprende una purificación a elevada temperatura de la aleación sólida, en hidrógeno, seguida de calentamiento a temperatura menor para desarrollar propiedades magnéticas óptimas. Sin embargo, las excelentes propiedades magnéticas antes citadas solo pueden conseguirse por el referido tratamiento empleando aleaciones de níquel-hierro-molibdeno preparadas por fusión de los ingredientes iniciales conforme a una técnica en que se han mantenido ciertas condiciones que antes no se han tenido por importantes por lo que toca a propiedades magnéticas. El presente invento se basa en el descubrimiento de que estas destacadas propiedades magnéticas se pueden desarrollar en aleaciones de níquel-hierro-molibdeno combinando

193410

-3 JUN 6



las mencionadas operaciones de fusión y calentamiento.

5 La preparación y las propiedades del permalloy ordinario de molibdeno, aleación de níquel-hierro-molibdeno de máxima permeabilidad inicial entre las actualmente conocidas, se describen en la patente de los Estados Unidos Nº. 1.768.443 otorgada el 24 de junio de 1930 a Gustaf W. Elmen. Aunque la composición de este permalloy de molibdeno está nominalmente dentro de la misma escala que las aleaciones de que trata este invento, la permeabilidad máxima inicial mencionada en la patente Elmen es de alrededor de 21.000, y la máxima absoluta de unos 75.000, aproximándose a 0,04 oersted la fuerza coercitiva mínima.

15 La purificación de materiales magnéticos por el calor, en atmósfera de hidrógeno, a temperaturas próximas a su punto de fusión con objeto de aumentar su permeabilidad se ha descrito en la patente de los Estados Unidos n.º. 2.110.569, otorgada el 8 de marzo de 1938 a Paul P. Gioffi. Aplicando este tratamiento térmico en hidrógeno al permalloy de molibdeno de la patente Elmen, la patente Gioffi registra haber alcanzado una permeabilidad inicial de 32.500 y máxima absoluta de 134.000.

20 Según la práctica comercial acostumbrada en la fabricación a escala industrial de aleaciones ferrosas magnéticas, primero se funden juntos los ingredientes de la aleación, por ejemplo, en un horno eléctrico de arco, bajo una escoria oxidante, por ejemplo, una escoria de cal, con abundancia de óxido de hierro en concepto de fracción oxidante. En la fase inicial, el óxido de hierro oxida el carbono y otras impurezas, que se retiran de la fundición. Luego se retira también la escoria oxidante, y se añaden cal, 25 espato fluor y polvo de coque para formar una escoria reduc-

30

-3 JUN 1934



193410

5 tora de carburo, con objeto de neutralizar la fundición saturada de óxidos y de eliminar el azufre. Como en la reacción neutralizante se rige por la ley de masas, y ocurre en la superficie de contacto escoria-metal, es prácticamente imposible que llegue a término. En consecuencia, hay que añadir calcio, silicio, aluminio y magnesio, solos o en combinación, para acabar de desoxidar el material derretido.

10 En una operación de este género se considera esencial emplear un desoxidante enérgico del tipo referido, pues, a menos de agregar un desoxidante de suficiente afinidad para el oxígeno, mientras se solidifica la aleación fundida se desprenden gases disueltos, y se obtiene un lingote defectuoso e inaprovechable, a menos que la solidificación se realice con excesiva lentitud y cuidado. Por eso ha sido costumbre agregar los citados desoxidantes durante la última fase de toda fusión en que se haya expuesto el metal derretido a oxidación, en cualquier tipo de horno o aunque se empleara una capa de escoria por encima. Los desoxidantes metálicos, que generalmente se añaden en cantidad de una fracción por ciento del peso de la fundición, se consumen casi por completo al oxidar.

15 Cuando se funden y vacían aleaciones de níquel-hierro-molibdeno en estas condiciones convencionales, el calentamiento subsiguiente de la aleación sólida en atmósfera de hidrógeno durante varias horas, a temperaturas próximas al punto de fusión, no da productos capaces de desarrollar las grandes permeabilidades y reducidas fuerzas coercitivas que proporciona el método del presente invento. Los solicitantes han comprobado que si las aleaciones obtenidas por los procedimientos conocidos no poseen la marcada permeabilidad que les comunica el presente invento, es principalmente porque los desoxidantes normales del comercio añadidos a la fundición antes de vaciar-

193410

-3 JUN

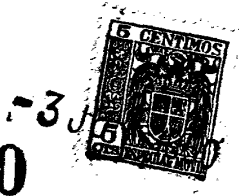


la o colarla, reaccionan con el oxígeno disuelto o combinado en su seno, y forman partículas submicroscópicas de óxidos muy estables dispersos por toda la masa fundida. Estas partículas no se separan como escoria, sino que permanecen dispersas en el lingote después de la solidificación, y no son reducidas durante el calentamiento subsiguiente en hidrógeno, quedando en el metal, donde producen tensión en la red cristalina e impiden así que la aleación adquiriera la elevada permeabilidad que podría lograrse de no ser por tal tensión. Además, el empleo de desoxidantes energicos en la fundición primitiva hace más crítico y variable el tratamiento térmico final aplicado a la aleación magnética para alcanzar los valores magnéticos óptimos, y dificulta la consecución de los índices útiles mínimos de permeabilidad que teóricamente pueden lograrse en estas aleaciones desoxidadas.

Según el presente invento, la posibilidad de que las aleaciones de níquel-hierre-molibdeno lleguen a desarrollar la elevada permeabilidad antes expuesta, cuando se someten a un tratamiento adecuado por calor poco intenso, es debida al calentamiento energético en atmósfera de hidrógeno de las aleaciones producidas por un método de fusión en que el material derretido se mantiene libre de desoxidantes fuertes mientras en su interior existan condiciones de oxidación. Este régimen de fusión, puede lograrse preservando de oxidación al material fundido y manteniéndolo esencialmente libre de desoxidantes energicos, o también por una combinación de ambas medidas.

Se ha comprobado que estos desoxidantes energicos que no deben existir en cantidad apreciable en el material fundido mientras las condiciones favorezcan la oxidación, son elementos que tienen mayor afinidad para el oxígeno que el manganeso y que forman óxidos estables a las temperaturas de la fun-

193410



5 dición. El manganeso, dotado de una acción desoxidante menos eficaz que la de los desoxidantes fuertes ordinarios, no destruye las propiedades magnéticas de las aleaciones obtenidas de fundiciones a las cuales se agregue. En efecto, un 0,5 por ciento de manganeso residual que quede en la sustancia fundida mejora la permeabilidad del producto final en un 50 por ciento, y es posible mejorarla más aumentando la proporción de manganeso.

10 De los elementos más afines para el oxígeno que el manganeso, los metálicos son más electropositivos que el manganeso en la serie electroquímica. El grupo de elementos que no deben estar en cantidad apreciable en la sustancia derretida en condiciones de oxidación, puede definirse mejor como compuesto de los elementos capaces de formar óxidos estables a las
15 temperaturas del material en fusión y capaces de formar óxidos cuyo calor de formación por átomo gramo de oxígeno es mayor que el del óxido de manganeso más estable (MnO), o, en otras palabras, cuyo calor de formación es superior a 90 calorías-kilógramo por átomo gramo de oxígeno componente del óxido. Se entien-
20 de por óxido estables a la temperatura del material en fusión los que existen a esa temperatura en un estado distinto del gaseoso.

25 Como se ha indicado antes, los elementos de este grupo utilizados de ordinario como desoxidantes son calcio, silicio, magnesio y aluminio. Los elementos de mayor calor de formación de óxido, como el calcio, el magnesio y el aluminio, cuando se emplean como desoxidantes, son más nocivos para las propiedades magnéticas que el silicio en igual cantidad, por tener éste un calor de formación de óxido más bajo y próximo
30 al del manganeso. Conviene que la sustancia derretida esté lo más exenta posible de estos cuerpos, mientras existan condicio-

-3 JUN



, 193410

nes de oxidación.

5 Debe advertirse que todo efecto perjudicial de las partículas de óxidos refractarios en la aleación magnética se limita a las formadas in situ por adición de los desoxidantes metálicos a un material en fusión que contenga oxígeno, pues ha resultado posible conseguir los valores magnéticos elevados del invento, incluso en aleaciones obtenidas agitando polvos de estos óxidos muy estables, en el material en fusión antes de que se solidifique. Es posible explicar esta diferencia por el hecho de que la tensión introducida por las partículas de óxido aumenta bastante al disminuir su tamaño y aumentar el grado de dispersión. Las partículas de óxido formadas por oxidación de elementos disueltos en el caldo serán menores y estarán más dispersas que las añadidas al mismo. En realidad, el examen microscópico de la aleación no revela la presencia de partículas en el primer caso, y en cambio pueden observarse en el segundo.

10 Es evidente que si se excluyen del material en fusión los desoxidantes enérgicos antes mencionados se eliminan también las funciones de los desoxidantes según queda expuesto. Por tanto, si han de obtenerse del material licuado lingotes buenos y elaborables, deberá evitarse la formación excesiva de gas en su seno, o se eliminará el que haya sido absorbido, antes de colar y solidificar. En la práctica del presente invento, esto se ha conseguido resueltamente agregando manganeso.

20 Si la fusión se efectúa en un horno como el de inducción, donde la superficie del material líquido es pequeña con relación a su volumen, y no prolongando demasiado la exposición del material al aire, es posible obtener sin cubierta de escoria una fundición que se solidifique sin absorber gas con exceso, contando solamente con la moderada acción desoxi-

193410

-3JU



dante del manganeso añadido durante la fusión en cantidad no menor de un 0,3 por ciento en peso del material, y que puede llegar al 1 o al 2 por ciento o más aún. Se puede colar y solidificar al aire.

5 Un procedimiento que puede aplicarse sea cual fuere la superficie del material en fusión, y que por ello es adaptable a la producción en gran escala en un horno como el de arco, consiste en mantener durante toda la fusión el material bajo escoria no oxidante, es decir, neutra o reductora, y en añadir manganeso en las proporciones antedichas poco antes de la colada. Una proporción apreciable de carbono en el material derretido, por ejemplo, hasta 0,25 por ciento en peso o 0,5 por ciento en algunos casos, presente ya en los mismos ingredientes o añadido a propósito, no perjudica y hasta puede ser de provecho por garantizar la ausencia de oxidación. No estorba el carbono en la aleación porque se elimina en el tratamiento subsiguiente por calor en hidrógeno. La colada y la solidificación pueden hacerse al aire.

20 También se evitará la necesidad de desoxidantes enérgicos perjudiciales efectuando la fusión y la colada en un vacío suficiente para evitar la absorción de gases de la atmósfera. Aunque no se necesita desoxidante alguno fundiendo en vacío, conviene agregar manganeso al material en fusión en las proporciones antes señaladas, pues su presencia tiende a aumentar la permeabilidad del producto final y a superar la fragilidad al calor y al frío. Además, como fundiendo en vacío se elimina todo el oxígeno casualmente contenido en el caldo, y éste se mantiene libre de oxidación, es posible agregar los desoxidantes enérgicos antes mencionados una vez conseguidas las condiciones no oxidantes, sin igual efecto sobre las propiedades magnéticas que si estas substancias se hubieran



añadido en condiciones de oxidación. Sin embargo, es preferible evitar la adición de tales sustancias, porque hacen más crítico y difícil el tratamiento térmico subsiguiente, como se explicará después.

5 Cuando la fusión se efectúa en parte o por completo en el vacío, por ejemplo, en un horno de inducción de alta frecuencia con atmósfera regulada, puede mantenerse la presión neumática absoluta al nivel que se quiera, por ejemplo, a menos de 20 o 30 cm. de columna de mercurio. Es conveniente una presión
10 aproximada de 5 cm. de mercurio, que se mantendrá cuando no haya manganeso. Después de fundir, se podrá colar y solidificar en vacío o en el seno de un gas inerte insoluble en la fundición, como el helio, o bien al aire, si el material fundido está esencialmente exento de los desoxidantes enérgicos ya referidos.
15

 Dada la considerable masa de los ingredientes sólidos iniciales, solo puede utilizarse una fracción de la capacidad de un horno de vacío si se coloca en éste la carga sólida, cerrándolo y evacuándolo antes de la fusión. Por consiguiente,
20 cuando se hace uso de un horno de vacío es mejor dejar que funda por lo menos parte de la carga sólida mientras esté abierto al aire, para que así disminuya el volumen de la carga al fundir y pueda agregarse más carga hasta colmar la capacidad del horno. Este puede cerrarse entonces, y hacer el vacío. Después
25 es posible colar y solidificar en vacío, en un gas inerte o en el aire. El manganeso, incluido en la carga inicial o añadido antes de colar, se ha comprobado que es un desoxidante eficaz.

 En lugar de mantener una atmósfera enrarecida por encima del material durante toda la fusión o la última parte de ella, puede utilizarse una atmósfera de un gas inerte insoluble
30 en el material, como el helio. Conviene añadir manganeso, se-



gún ya se ha expuesto, pero no es indispensable. Desde luego
sirven también otras condiciones de fusión, siempre que el ma-
terial no se exponga simultáneamente a un desoxidante enérgi-
co y a la oxidación y esté bastante exento de gas cuando haya
5 que vaciarlo. Así, la fusión puede efectuarse en una atmósfera
de hidrógeno u otro gas no oxidante, seguida en caso necesario
de vacío o de una atmósfera de helio para desgasificar. Has-
ta es posible, si bien no conviene desde un punto de vista co-
mercial, poner el invento en práctica colando un material de-
10 rretido con una proporción apreciable de gas y dejándolo soli-
dificar tan despacio que el gas se desprenda con suficiente len-
titud para no producir un lingote no aprovechable.

Las notables propiedades magnéticas ya mencionadas
pueden comunicarse a la aleación obtenida del modo que se ha
15 explicado, mediante un tratamiento térmico depurador en hidró-
geno a elevada temperatura seguido de otro a calor reducido y
regulado. Como el cuerpo magnético que se quiere producir ha
de estar libre de tensión mecánica para que posea las propie-
dades magnéticas deseadas, la configuración mecánica inherente
20 a su elaboración deberá ejecutarse antes de someterlo al ca-
lor.

En los planos adjuntos indican:

La figura 1, una gráfica de la variación de la per-
meabilidad inicial y del ritmo de enfriamiento en el tratamien-
25 to final, a calor reducido, para aleaciones obtenidas de fundi-
ción preparada con desoxidantes enérgicos o sin ellos.

La figura 2, una perspectiva de un núcleo anular he-
cho de cinta arrollada de una aleación obtenida por el método
del presente invento.

30 La figura 3, una gráfica de la variación de la per-
meabilidad con poca densidad de flujo, y del tiempo durante el



cual la aleación se mantiene en el tratamiento térmico final, a las diversas temperaturas indicadas; y

La figura 4, una gráfica de la variación de la permeabilidad con poca densidad de flujo, de la permeabilidad y la fuerza coercitiva máximas, y del ritmo de enfriamiento de la aleación durante el tratamiento térmico final.

El efecto sorprendente de la adición de 0,3 por ciento de calcio-silicio, desoxidante normal del comercio, a un caldo de aleación hierro-níquel-molibdeno se refleja en las curvas -A- y -B- de la figura 1. La curva -A- muestra la variación de la permeabilidad inicial y el ritmo de enfriamiento final de una aleación obtenida por el método del presente invento, exponiendo la substancia derretida a la oxidación. Puede observarse que al ritmo óptimo de enfriamiento se consigue una permeabilidad de 150.000. La curva -B- indica la variación de la permeabilidad inicial y el ritmo final de enfriamiento de una aleación producida del mismo modo, si bien añadiendo 0,3 por ciento de calcio-silicio al material en concepto de desoxidante. Según se vé, la máxima permeabilidad obtenida al mejor ritmo de enfriamiento no pasa de 50.000.

El núcleo de cinta espiral expuesto en la figura 2 representa un cuerpo magnético producido por el método del presente invento. Este núcleo puede hacerse laminando los lingotes de aleación, con recocidos intermedios, en cintas de espesor comprendido, por ejemplo, entre 0,025 y 0,355 milímetros. Después, si se quiere, puede aplicarse a las cintas una capa de material aislante refractario, capaz de resistir el subsiguiente tratamiento a elevada temperatura en atmósfera de hidrógeno; se ha comprobado que para este objeto sirve una delgada película de óxido de magnesio finamente dividido. Otras muchas substancias aislantes, como silicio, alúmina y óxidos de



berilio y circonio, han resultado perjudiciales para las propiedades magnéticas de piezas elaboradas con tiras delgadas de la aleación, tal vez a causa de cierta reacción con ella durante el tratamiento a calor intenso en hidrógeno o de tensión física por diferencias en los coeficientes térmicos de expansión. El aislamiento de óxido de magnesio no parece influir sobre la permeabilidad inicial de la cinta; es un material perfectamente adecuado como aislante, sobre todo con núcleos que hayan de funcionar con poca densidad magnética, y es el más conveniente que se ha encontrado en el grupo sometido a ensayo.

El material aislante puede aplicarse como mejor convenga, por ejemplo, pasando la tira a través de una suspensión del material muy dividido en un líquido volátil inerte, como tetracloruro de carbono, que después se deja evaporar. Se prepara una suspensión apropiada con 30 gr. de óxido de magnesio en polvo fino disperso en 4'5 litros de tetracloruro de carbono adicionado de 45 gr. de "Aerosol O.T." (dioctilsulfosuccinato sódico) en concepto de agente de dispersión y humectación.

Las tiras aisladas se arrollan luego en espiral sobre mandriles para formar núcleos como el de la figura 2, que presenta el aspecto de anillo compuesto de espiras de la cinta 1.

Después de darles su forma definitiva, las piezas magnéticas se someten a un tratamiento térmico intenso en hidrógeno substancialmente puro, a fin de limpiar el material magnético y aliviar la tensión interna. El hidrógeno electrolítico del comercio puede prepararse con este objeto haciéndolo pasar sobre un catalizador de paladio para convertir en agua el oxígeno que contenga, y luego a través de una

193410

- 13 -

- 3 JUN



cámara de desecación que contenga alúmina activada. El hidrógeno así tratado tiene un punto de rocío de -40°C aproximadamente, o menos, y sirve muy bien para el método del presente invento. La atmósfera de hidrógeno se mantiene en el horno por circulación continua de este gas, que conviene someter dentro del mismo a la presión atmosférica.

Se consiguen resultados uniformemente satisfactorios efectuando el calentamiento intenso en una atmósfera de hidrógeno preparada según el método antes descrito. Sin embargo, es evidente que el hidrógeno se puede preparar por cualquier otro procedimiento que lo suministre de la pureza requerida. La presión del hidrógeno en el horno puede no ser la atmósfera, aún cuando ésta es apropiada por lo general.

Las propiedades de la aleación mejoran más rápidamente manteniendo la temperatura lo más cerca posible del punto de fusión de la aleación, pero sin que se llegue a perjudicar la estructura del cuerpo magnético. Ha resultado conveniente la de unos 1300°C , pero, a causa de limitaciones de los hornos calentadores del comercio, es más práctica la de 1150° a 1200°C . Las inferiores a 1100°C no proporcionan las condiciones apetecidas dentro de un tiempo razonable.

El tiempo requerido para la depuración satisfactoria dependerá, como es natural, de la pureza inicial de la aleación, del espesor del material y de la pureza de la atmósfera de hidrógeno mantenida en el horno, así como de la temperatura del tratamiento. Deben tomarse medidas para asegurar una circulación adecuada de hidrógeno por todo el interior de la cámara de calefacción del horno, y también precauciones para evitar que se contamine la atmósfera de hidrógeno por gases desprendidos del revestimiento del mismo horno. En estas condiciones, y con una corriente de hidrógeno de unos

193410



5

72.800 litros por hora y metro cúbico de espacio en la cámara de calefacción, se han obtenido invariablemente resultados satisfactorios, dependiendo el tiempo de tratamiento del espesor y de la temperatura. A 1300°C bastan unas dos horas para material de 0,025 mm. de espesor, y alrededor de veinte horas para el de 0,355 mm.; con temperaturas más bajas se prolongan los tiempos respectivos.

10

La aleación obtenida con ayuda de este tratamiento térmico en hidrógeno puede desarrollar las notables propiedades magnéticas antes mencionadas, al someterla a un nuevo calentamiento en que se regule la relación temperatura-tiempo entre 600° y 300°C.

15

Para aprovechar la facultad de las aleaciones así producidas de desplegar las excelentes propiedades magnéticas del presente invento, es necesario aplicar el referido tratamiento térmico final. Cada una de las propiedades magnéticas deseadas parece depender de un grado crítico de orden en la aleación. Se aprecia una transformación en sentido de desorden hacia los 600°C, quedando la aleación substancialmente desordenada por encima de esta temperatura y cada vez más ordenada al descender por debajo de la misma, siempre que se mantenga a cada temperatura particular durante tiempo suficiente para que se produzca el mayor orden posible.

20

25

En tal situación, existe teóricamente por debajo de 600°C una temperatura a la que el grado de equilibrio de orden coincide con el grado crítico de orden asociado al valor óptimo de la propiedad magnética apetecida. Por encima de esta temperatura de orden crítico, el grado de equilibrio de orden es inferior al valor necesario, de modo que en una aleación con un grado de orden inferior al requerido, no puede obtenerse el valor máximo de la propiedad magnética deseada man-

30

193410



teniendo la aleación a una temperatura superior a la de orden crítico, sea cual fuere el tiempo que la aleación permanezca a esa temperatura.

5 Por debajo de la temperatura de orden crítico, el grado de equilibrio de orden es superior al valor óptimo. Como a cualquier temperatura particular aumenta el grado de orden con el tiempo hasta el valor de equilibrio, en una aleación que posee un grado de orden inferior al necesario es posible conseguir el grado crítico de orden manteniéndola a una temperatura igual o inferior a la de orden crítico durante el tiempo necesario para poder conseguir el grado de orden requerido, y enfriándola después rápidamente para evitar que la ordenación siga.

15 Si el grado de orden de la aleación es superior al necesario, puede disminuirse calentándola a una temperatura en que el grado de equilibrio de orden sea igual o menor que el grado de orden deseado (o sea a la temperatura de orden crítico, o por encima). El ritmo de ordenación (o de desorden) hasta llegar al equilibrio es mayor a las temperaturas más altas, y desciende progresivamente al bajar la temperatura. A unos 300°C o menos, este ritmo es tan pequeño que apenas tiene interés práctico.

25 Las curvas de la figura 3, que se describirán más adelante con detalle, demuestran que la explicación teórica de las propiedades de la aleación después del calentamiento final coincide ampliamente con las propiedades observadas. Los razonamientos teóricos que anteceden sugieren que el tratamiento térmico definitivo puede efectuarse por cualquiera de los siguientes métodos:

30 1º.- Enfriando la aleación rápidamente des 600°C o más a la temperatura de orden crítico o menos, manteniéndola a esta temperatura el tiempo necesario para darle las

193410



propiedades óptimas y enfriándola rápidamente a una temperatura en que el ritmo de ordenación sea insignificante, por ejemplo, a menos de 300°C. Como existe un desorden substancialmente total por encima de unos 600°C, es indiferente que el calentamiento final se aplique directamente a la aleación, enfriándola a continuación de su calentamiento en hidrógeno o que se deje enfriar, por ejemplo, a la temperatura ordinaria, entre los dos tratamientos térmicos, volviendo a calentarla a 600°C o más. Si se deja enfriar a la temperatura ordinaria, el ritmo de enfriamiento y recalentamiento no tiene importancia.

2º.- Sean cuales fueren los antecedentes térmicos de la aleación, puede mantenerse ésta substancialmente a la temperatura de orden crítico durante un tiempo suficiente para llegar al grado crítico de orden, y enfriarla luego rápidamente a menos de unos 300°C para evitar que prosiga la ordenación. Así, la aleación puede enfriarse con un ritmo cualquiera desde 600°C o más hasta la temperatura de orden crítico, en la que se mantendrá hasta que se haya realizado la ordenación apropiada. Por otra parte, las conveniencias de fabricación pueden exigir que la aleación se enfríe a la temperatura ordinaria u otra cualquiera inferior a la de orden crítico, antes del calentamiento final a esta última temperatura. Haciéndolo así, no importa que este enfriamiento sea tan rápido que el grado de orden siga por debajo del valor deseado, o tan lento que lo sobrepase. En uno u otro caso, volviendo a calentar a la temperatura de orden crítico aumentará o disminuirá el grado de orden al valor conveniente, según se pretenda.

3º.- Enfriando la aleación desde unos 600°C o más hasta menos de unos 300°C con suficiente rapidez para conse-



193410

5 guir que el grado de ordenación sea inferior al valor crítico; recalentando rápidamente a una temperatura entre unos 350°C y la de orden crítico; manteniendo la aleación a esta temperatura durante un tiempo suficiente para iniciar el grado crítico de ordenación, y enfriando después aprisa hasta menos de unos 350°C.

10 4º.- Enfriando la aleación a un ritmo substancialmente uniforme desde unos 600°C hasta unos 300°C o menos, de modo que se obtengan las propiedades magnéticas deseadas, según se explica más detenidamente después con relación a la figura 4.

15 5º.- Como antes se ha expuesto, el ritmo de transición en cuanto a propiedades magnéticas es función de la temperatura. Por consiguiente, puede afirmarse desde luego en términos generales que será útil cualquier enfriamiento entre unos 600°C y unos 300°C en que la integral de tiempo de esta función proporcione el valor óptimo. De manera análoga, cuando el orden resulte excesivo, por enfriar a menos de la temperatura de orden crítico, y se acerque al grado de orden pretendido mediante una operación desordenante, el ritmo de desorden es también función de la temperatura. Por tanto, 20 servirá cualquier calentamiento entre unos 600°C y unos 300°C en que la integral de tiempo de esta función desordenante proporcione el valor óptimo.

25 Las operaciones comprendidas dentro del apartado 5º anterior han resultado las más convenientes para fines comerciales. El modo de conseguir los valores óptimos de las propiedades magnéticas deseadas se comprenderá mejor con referencia a las curvas de las figuras 3 y 4, donde se han 30 representado los valores de la permeabilidad y de la fuerza coercitiva sobre una simple escala proporcional, mientras que

-3 JU



193410

los de tiempo y ritmo de enfriamiento se indican por conveniencia sobre una escala logarítmica.

Las curvas de la figura 3 se obtuvieron con un núcleo anular hecho de cinta de 0,025 mm. de espesor, aislada con óxido de magnesio y compuesta de una aleación de 79% de níquel, 5% de molibdeno, 0,5% de manganeso y el resto de hierro con impurezas casuales, preparado en la forma ya descrita, cuyo tratamiento térmico final se efectuó enfriando el núcleo rápidamente de 600°C a varias temperaturas intermedias de 500°C 480°C, 450°C y 400°C, manteniéndolo a estas temperaturas durante tiempos comprendidos entre 0,01 y 65 horas, y enfriándolo luego rápidamente a la temperatura ordinaria. Las diversas curvas van marcadas con las temperaturas a que se efectuó el tratamiento, y muestran la variación de la permeabilidad a 20 gaussés (substancialmente inicial), así como la del tiempo de tratamiento a la temperatura indicada.

Puede apreciarse que manteniendo el núcleo a 600°C durante tiempos variables, no cambió substancialmente la permeabilidad. A 500°C parecía imposible conseguir el grado de orden requerido para las intensas permeabilidades del presente invento, cualquiera que fuese el lapso de tratamiento. A 480°C se produjo aparentemente la ordenación más eficaz, y se pudo obtener el valor óptimo de permeabilidad entre 110.000 y 115.000 manteniendo la temperatura durante un considerable período de tiempo, entre una hora y diez horas, poco más o menos. Por tanto, es evidente que, según la explicación teórica anterior, la temperatura de orden crítico para permeabilidades altas, tanto iniciales como de baja densidad magnética, se aproximaba a los 480°C.

A temperaturas inferiores, en que el equilibrio permite un grado más alto de ordenación y ésta se produce a menor

-3 JUN

193410



5 ritmo, el tiempo de calentamiento se hace más crítico; así, a 450°C y 400°C se consiguió el valor óptimo de permeabilidad de unos 100.000 después de calentar durante una hora y media y alrededor de diez horas, respectivamente. Las desviaciones de los tiempos óptimos de calentamiento produjeron una súbita disminución de la permeabilidad. En general, la temperatura de ordenación no debe bajar de unos 400°C, si se quiere lograr la permeabilidad óptima dentro de un tiempo razonable.

10 Como se ha indicado antes, la temperatura de orden crítico (para permeabilidad a 20 gaussess) correspondiente a la aleación empleada para obtener las curvas de la figura 3 se aproxima a los 480°C. La temperatura citada no diferirá mucho de este valor al cambiar la composición de la aleación dentro de los límites reseñados más abajo.

15 En la figura 4, las curvas se obtuvieron a base de medidas de permeabilidad y de fuerza coercitiva efectuadas en un núcleo magnético anular arrollado de cinta no aislada de 0,355 mm. de espesor, compuesto de la misma aleación empleada para deducir las curvas de la figura 3 y preparada por el método descrito anteriormente. Durante el tratamiento térmico final, el núcleo se enfrió en el horno desde 600°C hasta 300°C a ritmos uniformes esencialmente, comprendidos entre 1°C y 1.000°C por hora.

20 La curva -3- de la figura 4 muestra la variación de permeabilidad a 20 gaussess, con cambios en el ritmo de enfriamiento. Puede apreciarse que el valor óptimo de alrededor de 150.000 que corresponde a la permeabilidad a esta densidad de flujo magnético se consigue cuando el ritmo de enfriamiento es de 100°C por hora o de 2°C por minuto aproximadamente. Este valor desciende al aumentar o disminuir el ritmo de enfriamiento.

30

-3 JUN 1966



193410

to. La curva -4- indica la variación de la permeabilidad máxima con los ritmos de enfriamiento. El valor óptimo de la permeabilidad máxima excede bastante de 1.000.000, y se consigue con un ritmo de enfriamiento de alrededor de 20°C por hora. La curva -5- muestra la variación de la fuerza coercitiva con el ritmo de enfriamiento. El valor mínimo de esta fuerza, aproximadamente 0,002, se obtiene con un ritmo de enfriamiento próximo a los 60°C por hora. Como es natural, se elegirán ritmos entre 50°C y 100°C por hora cuando interese conciliar valores óptimos de diferentes propiedades magnéticas.

El valor óptimo del ritmo de enfriamiento en cualquiera aleación particular disminuye al aumentar la proporción de molibdeno y disminuir la de níquel, y suele ser algo más bajo para obtener la mínima fuerza coercitiva que para lograr el valor óptimo de permeabilidad inicial, disminuyendo aún para conseguir la óptima permeabilidad máxima. Sin embargo, con algunas aleaciones coinciden substancialmente los ritmos óptimos de enfriamiento para las tres propiedades. A 300°C o menos, las propiedades magnéticas varían tan despacio que no hace falta regular el renfriamiento entre esta temperatura y la del ambiente.

El tratamiento térmico final antes descrito debe efectuarse sin oxidación, por ejemplo, en una atmósfera de hidrógeno.

Los métodos antes explicados son eficaces para mejorar las propiedades magnéticas de aleaciones de hierro-níquel-molibdeno en que varían considerablemente las proporciones de estos metales. Sin embargo, las propiedades magnéticas de tales aleaciones suelen discrepar bastante cuando las proporciones de sus ingredientes se alteran más allá de determi-

193410

-3 JUN



5 nados límites. Por consiguiente, los extraordinarios y es-
pectaculares valores de permeabilidad y fuerza coercitiva
que caracterizan las nuevas aleaciones del presente invento,
como expresivos de un adelanto notable en la materia, se
consiguen aplicando los métodos descritos a aleaciones cuya
composición se mantenga dentro de tales límites.

10 Estos resultados se conseguirán con aleaciones
que contengan entre un 2 a un 7% en peso de molibdeno, entre
un 75 y un 85% de níquel, y el resto de hierro con las im-
purezas corrientes en los materiales del comercio. Como se
ha indicado antes, se obtienen resultados mejores si también
existe manganeso en la aleación final, con preferencia en
proporciones no menores del 0,2 por ciento. Aún son más sa-
tisfactorios si los ingredientes están en proporción apro-
ximada de 79% de níquel, 5% de molibdeno, 0,5% de manganeso
15 y el resto de hierro impuro. Una escala preferida comprende
alrededor de 78 a 80% de níquel, 4 a 6% de molibdeno, 0,4
a 0,8% de manganeso, y el resto de hierro con impurezas.

20 Cantidades hasta un 1% de cobalto en la mezcla fun-
dida inicial no parecen alterar los valores óptimos de permea-
bilidad ni el ritmo óptimo de enfriamiento. El carbono y el
azufre parecen quedar casi completamente eliminados en el cur-
so de la elaboración, y por ello no ofrece inconvenientes su
presencia en cantidad razonable entre los materiales.

25 Como se ha indicado antes, cuando la fusión ini-
cial se efectúa en un medio enrarecido o en el seno de un gas
no oxidante, es posible añadir desoxidantes enérgicos al ma-
terial fundido sin los perjuicios que las propiedades magné-
ticas sufren cuando el mismo se halla en condiciones de oxi-
dación. Así, pueden conseguirse las propiedades magnéticas
30 apetecidas agregando hasta 1% de silicio. Sin embargo, el

193410

- 22 -

193410 - 3JU



5 ritmo óptimo de enfriamiento en la aplicación ~~final~~ de calor se reduce a valores demasiado bajos por efecto de esas adiciones, y también se hace más crítica su regulación, pues los valores magnéticos descienden más aprisa cuando dicho ritmo se aparta del valor óptimo. Además, requiere más cuidado evitar la oxidación al preparar las aleaciones cuando se usan estos desoxidantes, por lo que conviene en general prescindir de ellos.

10 Por lo regular, antes del calentamiento en atmósfera de hidrógeno no conviene que la aleación contenga más de un 1% de ingredientes distintos de los cuatro enumerados: hierro, níquel, molibdeno y manganeso.

15 Los materiales empleados para preparar las aleaciones pueden ser muy puros o de pureza comercial corriente. El hierro puede ser electrolítico, o cualquiera de los magnéticos, como el hierro armco. El molibdeno puede ser puro, o ferromolibdeno del comercio. Como manganeso se emplea también ferromanganeso de pureza comercial. En cuanto al níquel, sirve el electrolítico o cualquiera del comercio, suficiente-
20 mente puro,

El invento se ha descrito atendiendo a sus formas específicas de realización, y con fines ilustrativos, sin que ello signifique necesariamente una limitación de su alcance.

25 =====: N O T A :=====

Se reivindica como objeto de esta patente:

30 1.- Procedimiento para elaborar materiales magnéticos capaces de adquirir una permeabilidad considerable después de un tratamiento térmico subsiguiente, caracterizado porque los ingredientes de una aleación que contiene 75 a 85%



de níquel, 2 a 7% de molibdeno, hasta 2% de manganeso y el resto de hierro con impurezas casuales, se mezclan y funden juntos en tales condiciones que la substancia derretida, mientras existan en su seno condiciones de oxidación, esté esencialmente libre de elementos capaces de formar un óxido estable a la temperatura de la misma y dotado de un calor de formación superior a 90 calorías-kilogramo por átomo gramo de oxígeno integrante del óxido; la aleación se solidifica luego y se calienta en una atmósfera de hidrógeno seco a una temperatura de más de 1100°C, pero inferior al punto de fusión de la aleación, durante una hora por los menos, con lo que obtiene un cuerpo de aleación en el que pueden obtenerse considerables permeabilidades enfriándola a un ritmo regulado entre 600°C y 300°C.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción de manganeso es de 0,4% a 1%, y el tratamiento térmico se efectúa a una temperatura de 1150°C a 1300°C durante dos horas por lo menos.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por enfriar la aleación después del tratamiento térmico, desde 600°C a 300°C, al ritmo que corresponde en lo esencial al valor máximo de permeabilidad inicial en la gráfica de ritmo de enfriamiento, en relación con la permeabilidad inicial, para la aleación de las proporciones específicas que se empleen.

4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque, después del tratamiento térmico, se enfría la aleación rápidamente desde 600°C a una temperatura superior a 350°C, que se mantiene durante un tiempo correspondiente en esencia al valor máximo de la permeabilidad inicial en la gráfica de permeabilidad inicial, con relación al tiempo, a dicha

-3 JUN



temperatura, para la aleación de las proporciones específicas empleadas, y luego se hace descender rápidamente la temperatura a menos de 300°C.

5 5.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque, después del tratamiento térmico, la aleación se mantiene a una temperatura entre 600°C y 300°C durante el tiempo y en las condiciones sucesivas de temperatura que se requieran para conseguir esencialmente la permeabilidad inicial óptima.

10 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, para elaborar una pieza de material magnético, con una permeabilidad inicial de 75.000 o más, caracterizado porque la proporción aproximada de níquel es de 79%, la de molibdeno de 5%, y la de manganeso de 0,5%, y el cuerpo o pieza de material magnético, se obtiene formando una cinta delgada de la aleación, que se arrolla en espiral para formar un núcleo anular, prosiguiendo luego el calentamiento durante dos horas por lo menos, y enfriándose el núcleo de 15 600°C a 300°C al ritmo aproximado de 50°C a 100°C por hora.

20 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la proporción de manganeso no excede de 1%, la mezcla se efectúa a una presión neumática absoluta no mayor de 250 mm. de mercurio, y el tratamiento térmico se prolonga no menos de dos horas.

25 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la mezcla y la fusión se efectúan siempre en contacto con el aire.

30 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la parte inicial de las operaciones de mezcla y fusión se lleva a cabo con los ingredientes expuestos al aire, y la parte final en un medio en-

193410

- 25 -

-3 JUN



rarecido.

10.- Procedimiento para elaborar materiales magnéticos de gran permeabilidad.

Esta memoria consta de veinticinco páginas, escritas por una sola cara.

5

BARCELONA, -3 JUN. 1950

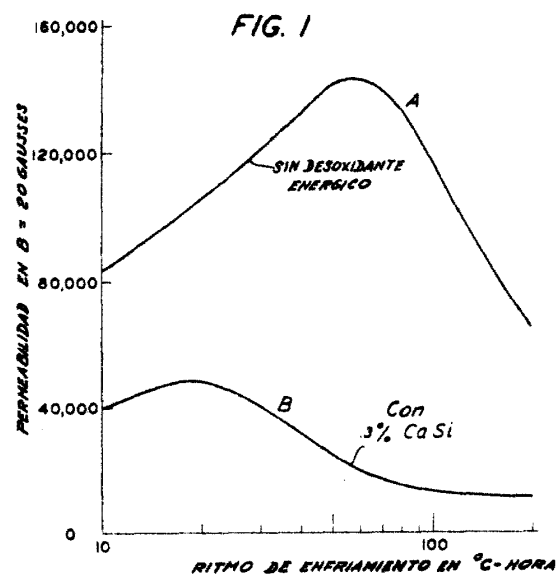
P.A.

JOSE M. SOLIBAR
E. P.

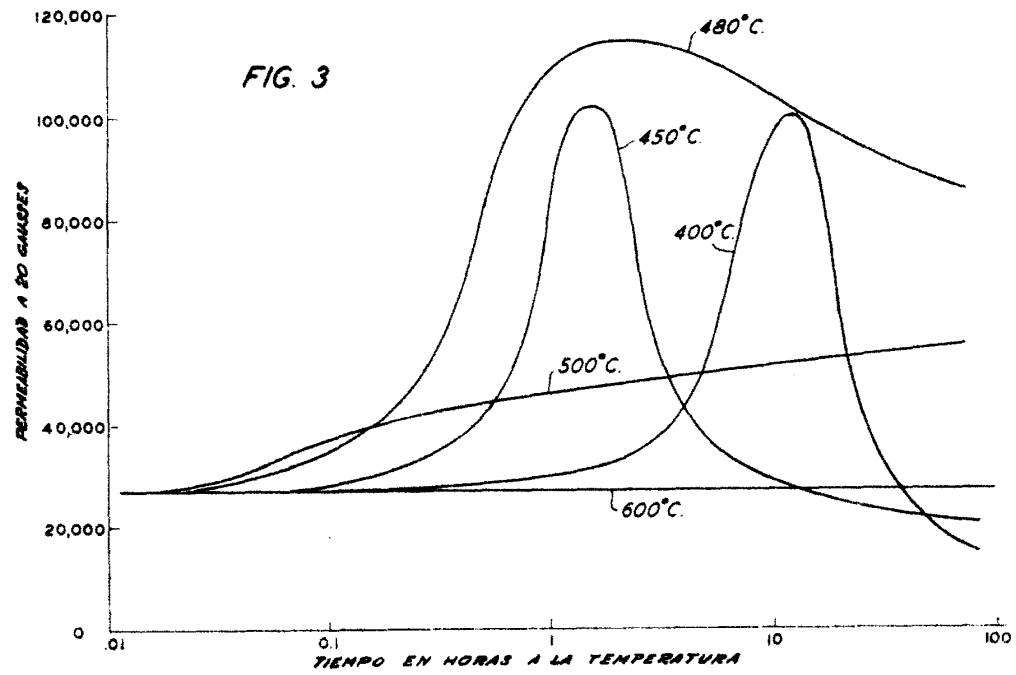


1934-0

193410



193410



P. H.
 JOSÉ M. BOLÍBAR
 P. F.

SPAIN

3101



Western Electric Company, Incorporated, 2 hojas, Hoja No. 2.

193410

193410

FIG. 2

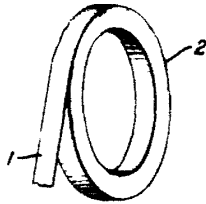
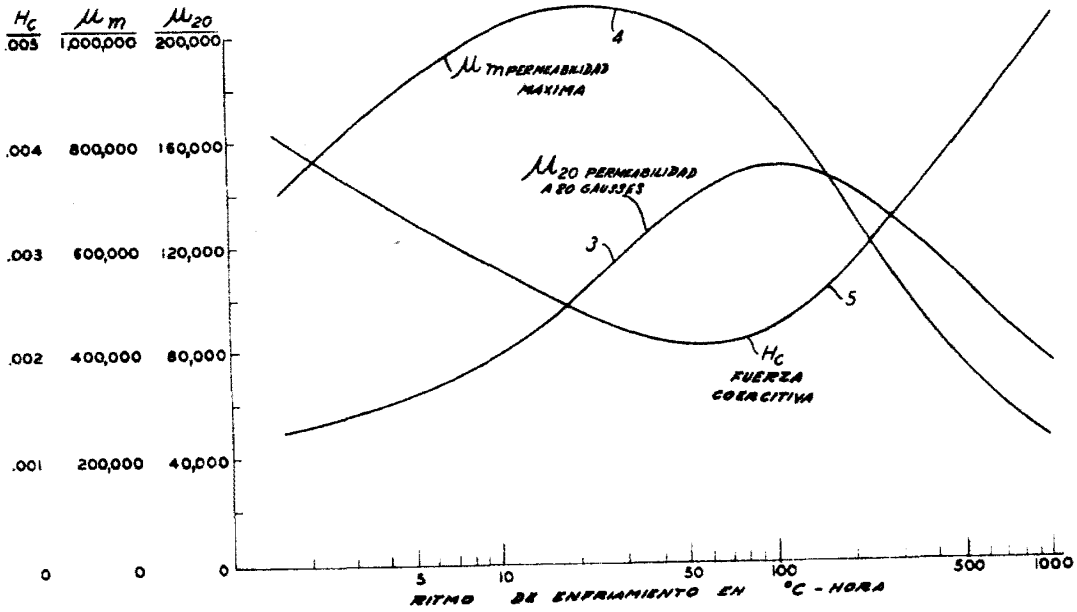


FIG. 4



P.R.
JOSÉ M. EDUARDO
F. P.