

30 ENE 1963

P-23.296

PH. 17345

Spain

vDo/AvdH



281840

281840

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 24 de Octubre de 1962, con el N^o. 281.840

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS'GLOEILAMPENFABRIEKEN, entidad holandesa, establecida en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

"UN METODO DE MANUFACTURA DE IMANES PERMANENTES."

La presente invención se refiere a un método de fabricación de imanes permanentes compuestos de partículas independientes que por si mismas poseen propiedades magnéticas, siendo el componente de estas partículas esencial para las propiedades magnéticas la fase exagonal del compuesto $(Fe,Co)_2P$. Tales imanes permanentes han sido ya propuestos en la solicitud de patente anterior núm. 270.125, que describe en particular - que las partículas de $(Fe,Co)_2P$ de hasta una relación, Fe/Co de 80:20 pueden estar enteramente en una sola fa

5

10

281840



se con la estructura exagonal de Fe_2P a la temperatura ambiente. En esta solicitud se dice además que las partículas de $(\text{Fe},\text{Co})_2\text{P}$ de una relación Fe/Co menor de 80:20, y en particular las partículas de $(\text{Fe},\text{Co})_2\text{P}$ de una relación Fe/Co de hasta 60:40, pueden todavía contener la fase --
5 exagonal, a consecuencia de lo cual siguen siendo adecuadas para la manufactura de imanes permanentes.

Se ha descubierto ahora que la fase exagonal, - en la zona o sección casi binaria entre Fe_2P y Co_2P del -
10 diagrama ternario de constitución Fe-Co-P a elevada temperatura llega probablemente hasta el compuesto Co_2P mismo. Este reconocimiento ha sido representado en el nuevo diagrama constitucional de la sección casi binaria $\text{Fe}_2\text{P}-\text{Co}_2\text{P}$ de la Figura 1, diagrama que proviene de un termoes análisis diferencial y examen a rayos X. Además, se ha descubierto
15 que la fase exagonal de $(\text{Fe},\text{Co})_2\text{P}$, que es estable a elevada temperatura, puede a una temperatura inferior pasar a otra fase que puede describirse como ortorrómbica. La temperatura de transición varía con la composición. Esta fase ortorrómbica es también ferromagnética, pero tiene un
20 punto de Curie inferior al de la fase exagonal. Esto se ha representado en la Figura 2 para distintas aleaciones, correspondiendo la curva A a la fase exagonal y la curva B a la fase ortorrómbica. Se ha descubierto que la presencia de esta fase ortorrómbica a la temperatura ambiente,
25 además de la fase exagonal, afecta adversamente a las propiedades magnéticas de las partículas ferromagnéticas en cuanto a su comportamiento como imán permanente. Esto se pone de manifiesto especialmente en una disminución de la
30 fuerza coercitiva y, por consiguiente, del valor $\text{BH}_{\text{máx}}$.

281840



Para obtener imanes permanentes de propiedades óptimas por lo tanto, las partículas ferromagnéticas de $(Fe,Co)_2P$ han de consistir esencialmente en su totalidad en fase exagonal. Se ha visto ahora que la conversión de la fase exagonal, estable a elevada temperatura, en la fase ortorrómbica existente a una temperatura reducida, conversión que --
5 afecta adversamente a las propiedades magnéticas, tiene lugar a una velocidad mayor según va creciendo el contenido de cobalto de las partículas, es decir, según va disminuyendo la relación Hierro/cobalto.
10

La invención tiene por objeto suprimir en lo posible la formación de la fase ortorrómbica.

Conforme a la invención, este objeto puede lograrse haciendo uso de los reconocimientos antedichos, por el hecho de que las partículas de $(Fe,Co)_2P$ que tienen una relación Fe/Co comprendida entre 90:10 y 60:40 son llevadas al estado exagonal esencialmente por completo, a la --
15 temperatura ambiente, por enfriamiento de las partículas a partir de una temperatura que, según la relación Fe/Co decreciente, está comprendida entre alrededor de 900°C y --
20 unos 1.150°C., hasta una temperatura menor de unos 650°C., a una velocidad que varía con el contenido de cobalto y --
aumenta según va creciendo el contenido de cobalto, bien --
entendido que para las aleaciones que tengan una relación
25 Fe/Co de 90.10, la velocidad de enfriamiento debe ser por lo menos de unos 2°C/seg., y para las aleaciones de una relación Fe/Co comprendida entre 75:25 y 60:40, esta velocidad ha de ser superior a 75°C/seg.

En la Figura se representan gráficamente las velocidades mínimas de enfriamiento entre unos 1.200°C., y al--
30

281840



rededor de 600°C., para las diversas aleaciones, en función de la relación Fe/Co.

5 Hasta ahora no hemos logrado enfriar aleaciones de $(Fe,Co)_2P$, de una relación Fe/Co menor de 60:40, tan rápidamente que a la temperatura ambiente consten esencialmente por completo de fase exagonal.

10 Estos nuevos reconocimientos hacen comprensible que las partículas que tienen una relación Fe/Co de 85:15, tratadas de la manera descrita en la anterior solicitud de patente núm. 270.125, ejemplo II, sean por completo exagonales. La velocidad de enfriamiento en el molde metálico -- descrito, velocidad que no se basa en los nuevos reconocimientos arriba mencionados, asciende aproximadamente a -- 40°C/seg.

15 El método descrito en la presente solicitud tiene la ventaja de un aumento no sólo de la fuerza coercitiva de las partículas sino también del punto de Curie (Figura 2).

20 La fuerza coercitiva de las partículas de Fe,Co_2P , enfriadas con arreglo al método antedicho, partiendo de elevada temperatura, puede acrecentarse aún más por caldeo de las partículas en una atmósfera no oxidante, a una temperatura de preferencia inferior a 650°C durante un tiempo tanto mayor cuanto más le falta a esta temperatura para --
25 llegar a los 650°C. Por razones de velocidad de difusión, -- la más baja temperatura a que se caldee no debe ser inferior a 300°C. Estos tratamientos de caldeo se efectúan en el margen en que la fase ortorrómbica es estable. Por consiguiente, cuando el tratamiento de caldeo tiene demasiada
30 duración, se produce la fase ortorrómbica de nuevo, además

281840



de la fase exagonal, a consecuencia de lo cual la fuerza coercitiva puede volver a disminuir. Si la temperatura de sinterización se elige superior a 650°C, esto da lugar a una disminución de la fuerza coercitiva aun cuando los tratamientos de caldeo sean de brevísima duración. --
5 Por consiguiente, la misma temperatura de caldeo no excede de preferencia de los 650°C.,

Se ha descubierto que se produce un máximo en la fuerza coercitiva, en particular, para las partículas de una relación Fe/Co comprendida entre 90:10 y 80:20, --
10 tanto después del enfriamiento a partir del margen de fase exagonal, como después del tratamiento de sinterización a una temperatura comprendida entre 650°C y 300°C (Figura 4, entre las líneas interrumpidas). El máximo aumento de la fuerza coercitiva se obtiene si las partículas de (Fe, Co)₂P, después de enfriadas, se sinterizan en un margen de temperaturas comprendido entre 400°C y 500°C. La Figura 4 representa fuerza coercitiva a la temperatura ambiente para partículas de (Fe,Co)₂P inmediatamente después de haber sido enfriadas desde una elevada temperatura, a una velocidad de aproximadamente 100°C/seg. (curva A) y también después de un tratamiento de sinterización a una temperatura comprendida entre 400°C y 500°C (curva B).

Como ya se ha descrito en la solicitud de Patente núm. 270.125 las partículas de (Fe,Co)₂P pueden ser comprimidas, si así conviene en un campo magnético, hasta formar un cuerpo de imán. Se ha descubierto que la fuerza coercitiva de las partículas es afectada adversamente por los esfuerzos mecánicos en general y, por consiguiente, también por la compresión. Esta disminución de la fuerza coercitiva
25
30

281840



de las partículas que han sido sometidas a esfuerzo puede ser eliminada sometiendo de nuevo las partículas a un tratamiento de caldeo en el margen de temperaturas que se encuentra por bajo de los 650°C, como antes se ha dicho. No es necesario que las partículas de $(Fe,Co)_2P$ enfriadas -- sean previamente caldeadas en el margen de temperaturas -- comprendido entre 650°C y 300°C., y después comprimidas, -- por ejemplo, para formar un cuerpo de imán, y finalmente caldeadas de nuevo en dicho margen de temperaturas, sino que las partículas pueden ser comprimidas, si así conviene en un campo magnético, hasta formar un cuerpo de imán, inmediatamente después de enfriadas y a continuación caldeadas en el margen de temperaturas comprendido entre --- 650°C y 300°C. La fuerza coercitiva, en este caso, aumenta también hasta un valor que difiere solamente muy poco del de las partículas tratadas con arreglo al método primeramente mencionado.

EJEMPLOS

20

Ejemplo I

Una masa en fusión consistente en 95% en peso de fósforo-cobre, 4,25% en peso de hierro y 0,75% en peso de cobalto contiene partículas de $(Fe,Co)_2P$ de una relación Fe/Co de 85:15. Si esta masa en fusión se enfría conforme al presente invento a una velocidad que sobrepasa -- la mínima necesaria de aproximadamente 5°C/seg., (Figura 3), por ejemplo, a una velocidad de alrededor de 100°C/seg., la fuerza coercitiva de las partículas a la temperatura --

30

281840



ambiente asciende a 6850e (oersted). Según el diagrama de rayos X, las partículas constaban por entero de la fase exagonal de la estructura Fe_2P . Si la masa en fusión es enfriada a una velocidad menor que la mínima necesaria de unos 5°C/seg., a la temperatura ambiente, la fuerza coercitiva es tan sólo de 25 Oe, y las partículas constan, según el diagrama de rayos X, de dos fases: a saber, la fase exagonal y la fase ortorrómbica. Esto demuestra claramente la desfavorable influencia de la fase ortorrómbica en la fuerza coercitiva.

Ejemplo II.

Una masa en fusión consistente en 95% en peso de fósforo-cobre, 3,5% en peso de hierro y 1,5% en peso de cobalto contiene partículas de $(Fe,Co)_2P$ de una relación Fe/Co de 70:30. Si esta masa en fusión se enfría conforme al presente invento a una velocidad que sobrepasa la mínima necesaria (aproximadamente de 130°C/seg., Figura 3), por ejemplo, a una velocidad de alrededor de 200°C por segundo, la fuerza coercitiva de las partículas a la temperatura ambiente asciende a 2750e, y las partículas están esencialmente por entero en la fase exagonal. Si la masa en fusión se enfría a una velocidad de 40°C/seg. es decir, a una velocidad menor que la mínima necesaria, la fuerza coercitiva a la temperatura ambiente asciende a 1430e. En este caso, las partículas constan de las fases exagonal y ortorrómbica.



281840

Ejemplo III.

Una masa en fusión consistente en 95% en peso -
de fósforo-cobre, 3,75% en peso de hierro y 1,25% en peso
5 de cobalto contiene partículas de $(Fe,Co)_2P$ de una relación
Fe/Co de 75:25. Si la masa en fusión es enfriada a una ve-
locidad que excede de la mínima necesaria (aproximadamen-
te de 75°C/seg., Figura 3), por ejemplo, a una velocidad
de unos 200°C/seg., la fuerza coercitiva a la temperatura
10 ambiente asciende a 735 Oe. Las partículas se hallan enton-
ces por completo en fase exagonal. Después de enfriar a --
velocidad de 40°C/seg., es decir, a una velocidad menor --
que la mínima necesaria, las partículas constan de las fa-
ses exagonal y ortorrómbica y la fuerza coercitiva a la --
15 temperatura ambiente es tan sólo de 326 Oe.

Ejemplo IV.

Una masa en fusión consistente en 99% en peso -
20 de fósforo-cobre, 0,85% en peso de hierro y 0,15% en peso
de cobalto fué granulada en agua hasta obtener glóbulos -
de un diámetro comprendido entre 0,3 y 0,6 mm. Los gránu-
los fueron llevados y lixiviados con HNO_3 diluido (1 = 2)
y a continuación el polvo fué caldeado durante 2 horas a
25 450°C. La fuerza coercitiva intrínseca $I_H C$ del polvo era
de 3200 Oe. Con este polvo se hizo un imán permanente, --
comprimiéndole en un campo magnético de 600 Oe. La densi-
dad del imán ascendió a aproximadamente 70%. Después del
tratamiento de compresión, el imán fué de nuevo caldeado
30 durante 2 horas a 400°C. Las propiedades magnéticas resul-

281840 30



taron entonces así: $B_r = 3950$ gauss; $I_{H_0} = 2400$ Oe;
 $B_{H_0} = 1920$ Oe; $BH_{Máx} = 3,1 \times 10^6$ gauss Oe.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 26 de Octubre de 1961, con el número -----
5 270.683, se acoge a los beneficios del artículo 51 del --
vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

N O T A

10

Los puntos de Invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

15

1º. - Un método de manufactura de imanes permanentes compuestos de partículas independientes que por si mismas poseen propiedades magnéticas permanentes, ---
siendo el componente de estas partículas esencial para --
las propiedades magnéticas la fase exagonal del compuesto
20 $(Fe,Co)_2P$, caracterizado dicho método por el hecho de --
que las partículas que tienen una relación Fe/Co comprendida entre 90:10 y 60:40 son enfriadas a partir de una --
temperatura que, según la relación Fe/Co decreciente, es
25 tá comprendida entre alrededor de 900°C y unos 1150°C, has
ta una temperatura menor de 600°C., a una velocidad que au
menta según va disminuyendo la relación Fe/Co, bien enten-
dido que con la relación de 90:10 la velocidad de enfria--
miento es de al menos 2°C/seg., y con una relación Fe/Co
comprendida entre 75:25 y 60:40, esta velocidad excede de
30 aproximadamente 75°C/seg.

281840



2º. - Un método de manufactura de imanes permanentes conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que las partículas $(Fe,Co)_2P$, después de enfriadas, son caldeadas en atmósfera no oxidante, en el --
5 margen de temperaturas comprendidas entre alrededor de --
650º C y unos 300º C durante un tiempo tanto mayor cuanto --
más baja se elige la temperatura de sinterización.

3º. - Un método de manufactura de imanes permanentes conforme a la reivindicación 1, caracterizado por
10 el hecho de que, después de reunidas las partículas, si
así conviene en un campo magnético, por medio de fuerzas
mecánicas hasta formar un cuerpo de imán, este cuerpo es
caldeado en una atmósfera no oxidante a una temperatura
comprendida entre los límites aproximados de 650º C y 300º C.

15 4º. - Un método de manufactura de imanes permanentes conforme a la reivindicación 2, caracterizado por
el hecho de que, después de reunidas las partículas si así
conviene en un campo magnético, por medio de fuerzas mecánicas
hasta formar un cuerpo de imán, este cuerpo es caldeado de
20 nuevo en una atmósfera no oxidante a una temperatura compren-
dida entre los límites aproximados de 650º C y 300º C.

5º. - Un método de manufactura de imanes permanentes.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan, y con --

281840



los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

30 ENE 1863

P.A.

[Handwritten signature]
Secretaría de Hacienda
Por Orden

5



281843

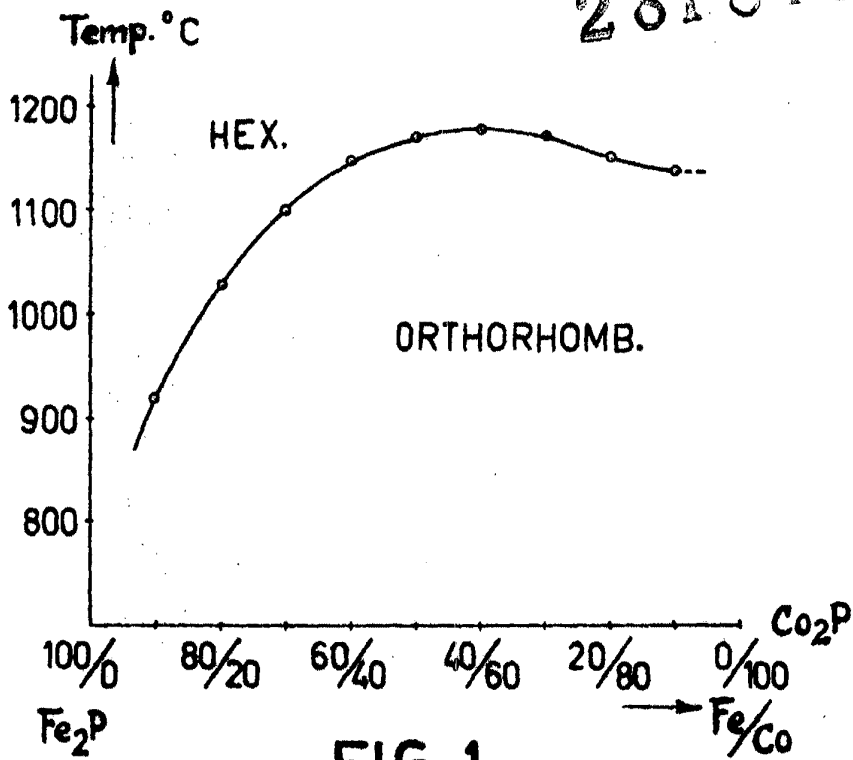


FIG. 1

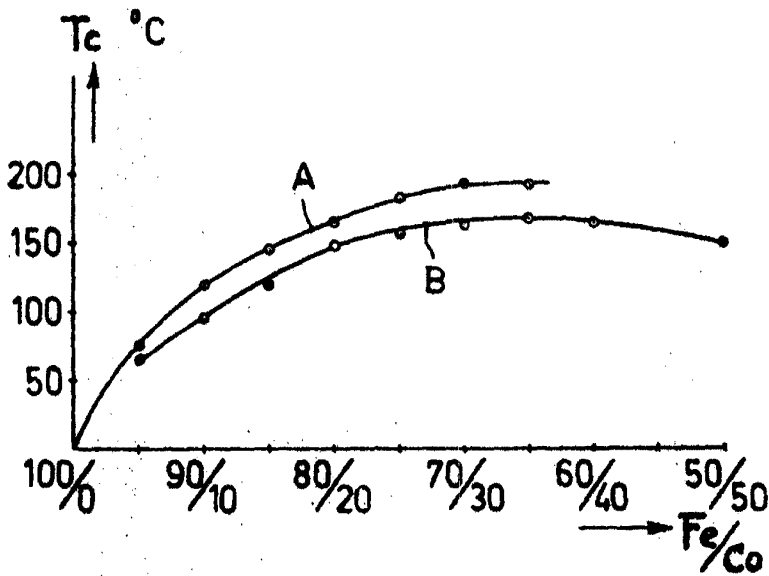


FIG. 2

Alberto de Elzabate



281840

FIG.3

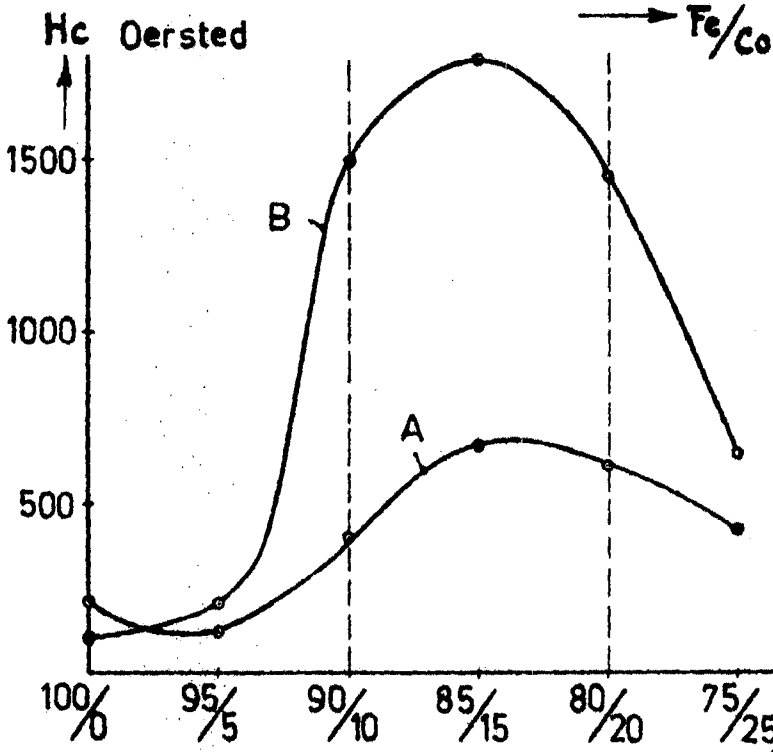
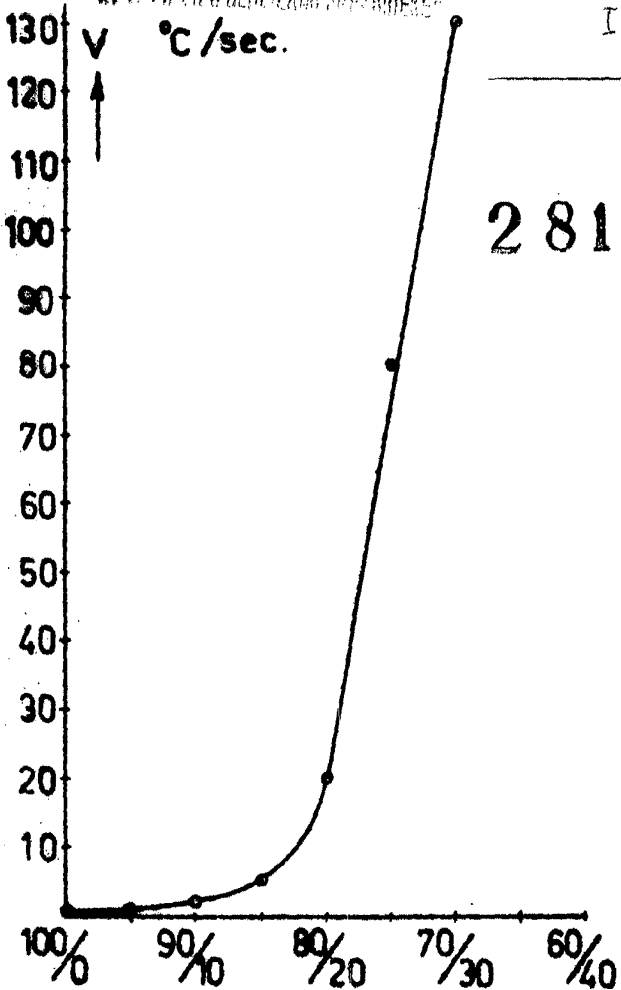


FIG.4

Fe/Co

Departamento de Física