

327640



P - 31.973

PH N 880

327640

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
PATENTE DE INVENCION  
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:

"MÉTODO DE FABRICACION DE CUERPOS DE IMANES  
"PERMÁNEENTES"

La invención se refiere a un método de fabri-  
cación de cuerpos de imanes permanentes magnéticamente  
anisotrópicos en forma de varilla, que tiene una estruc-  
tura cristalina cúbica y una dirección  $\sqrt{100}$  de los cris-  
tales que está orientada de manera substancialmente axial  
5 pertenece a una aleación que contiene, además de Fe y  
las impurezas normales, 16-42% de Co, 7-20% de Ni, 6-11%  
de Al, 0-10% de Cu, 1-10% de Ti, 0-4% de Nb, 0-8% de Ta,  
0-1% de Si, 0-1% de S, siendo enriada una masa fundida  
10 de dicha aleación con un gradiente de temperatura.

POOR  
QUALITY

327640

7 JU



Por "impurezas normalmente presentes" debe entenderse en la presente aquellas impurezas que ya están presentes en la materia prima. En general la cantidad total no excede de aproximadamente 0,5%.

5 Los métodos conocidos para obtener la orientación de los cristales en imanes de dicho tipo se basan todos en el principio de que es disipado calor de la aleación durante la solidificación solamente en una dirección. De estas aleaciones se forman cuerpos magnéticos que, de acuerdo con la terminología usada, tienen  
10 una orientación cristalina más o menos pronunciada en esa dirección. Si se asegura que la dirección de magnetización preferida quede utilizada en la misma dirección sometiendo el cuerpo magnético a la acción de un campo  
15 magnético durante el tratamiento térmico, coincidiendo de dicho campo con la mencionada dirección [100], es posible con la combinación de dichos dos factores (orientación cristalina y tratamiento en campo magnético) obtener en estas aleaciones propiedades magnéticas que ex-  
20 ceden en mucho las propiedades que se obtienen si solamente está presente uno de dichos dos factores. Consecuente-  
mente, en la tecnología de imanes se trata de obtener resultados óptimos de esta manera y, particularmente, usando métodos que dan resultados reproducibles, y además  
25 son adecuados para la producción en masa. La finalidad que se tiene en cuenta en estos intentos no es tanto una mejora del tratamiento en el campo magnético mencionado, como una mejora de la orientación cristalina. Naturalmente la elección de la aleación que debe ser usada es  
30 decisiva también para obtener las propiedades magnéticas

327640



específicas deseadas, por ejemplo un valor  $(BH)_{\max}$  elevado combinado o no con una fuerza coercitiva que sea tan alta como sea posible. En el campo de la composición de las aleaciones los expertos en el arte tienen la experiencia que les permite efectuar la aleación correcta para el fin en consideración. Por ejemplo, es sabido en general que las aleaciones del rango mencionado que contienen cantidades determinadas de Co y Ti pueden mostrar fuerzas coercitivas muy elevadas (hasta 2000 Ce).

10 Para obtener la orientación cristalina deseada en aleaciones que contienen poco titanio y en que la dirección  $[100]$  de los cristales es axialmente orientada en la fabricación en masa, se utilizan, por ejemplo, moldes dispuestos verticalmente que están provistos en el fondo con un así llamado "enfriador" como resultado de lo cual el calor, durante la solidificación de la aleación, es disipado substancialmente en una dirección perpendicular a dicho "enfriador", usándose además medios, por ejemplo una aislación térmica suficiente o el suministro de calor en una dirección adecuadamente elegida, para evitar una disipación térmica en un grado indeseable en una dirección lateral. De esta manera es posible obtener un valor de  $(BH)_{\max}$  de  $5,5 - 7,5 \times 10^6$  Ce, que es reproducible en la producción en masa.

25 Con tales aleaciones pueden obtenerse valores  $(BH)_{\max}$  de  $7 - 9 \times 10^6$  Ce, de manera reproducible en la producción en masa, si son fabricadas varillas de dichas aleaciones de acuerdo con el así llamado procedimiento de fusión continua en que la dirección  $[100]$  de



327640

Los cristales es axialmente orientada. Por ejemplo, dicho método consiste en que la aleación fundida es suministrada continuamente a la parte superior de un tubo verticalmente dispuesto y la varilla de la aleación solidificada es continua o discontinuamente retirada del tubo en el lado inferior. La deseada orientación cristalina en la dirección axial es obtenida por el hecho de que el calor es disipado a través de la varilla misma en una dirección, la dirección longitudinal de la varilla, lo que puede ser facilitado aún, enterrando adicionalmente la parte de la varilla que sale del tubo. También es recomendable aislar el tubo en una dirección transversal y/o calentarlo por medios adicionales de modo de controlar las pérdidas de calor.

En el rango de las aleaciones que contienen el del grupo que contiene 16-42% de Co, 7-20% de Ni, 0-11% de Al, 0-10% de Cu, 1-10% de Ti, 0-4% de Nb, 0-8% de Ta, 0-1% de Si, 0-1% de S, el resto Fe y las impurezas normalmente presentes, pueden ser producidos en masa imanes sin orientación cristalina que muestran fuerzas coercitivas elevadas de 1000 Ce y mayores, de una manera reproducible. Un representante magnéticamente muy bueno de este grupo es, por ejemplo, la aleación que consiste de 34% de Co, 14,5% de Ni, 1% de Al, 4,5% de Cu, 5% de Ti, el resto Fe y las impurezas normalmente presentes. Con esta aleación pueden producirse en masa imanes sin orientación cristalina con valores  $(BH)_{max}$  de  $4-5 \times 10^6$  Oe y fuerzas coercitivas de 1500-1500 Ce.

La fabricación de imanes con orientación cristalina partiendo de una aleación que no contiene o contiene

327640



me poco Ti no presenta dificultades en la fabricación en  
masa con resultados reproducibles; éste no es el caso  
con imanes que contienen 1% o más de Ti. Con aleaciones  
que tienen un contenido máximo de 1% de Ti es posible usar  
5 el método antes descrito de moldeado con un "entriador".  
Para aleaciones que tienen contenidos más altos de Ti,  
requeridos para obtener las fuerzas coercitivas elevadas  
deseadas, dicho método, sin embargo, en general no puede  
ser usado, dado que las velocidades de solidificación que  
10 ocurren son demasiado grandes y además la presencia si-  
multánea de Ti Al de lugar a la formación indeseada de  
núcleos. Esta formación de núcleos perturba la orienta-  
ción cristalina.

De acuerdo con un método conocido, la mencio-  
15 nada formación de núcleos puede ser disminuida agregando  
S o Se a la aleación.

La obtención de orientación cristalina en alea-  
ciones con un contenido elevado de Ti por medio del pro-  
cedimiento antes descrito de fusión continua, también  
20 presenta dificultades. En la práctica, el elevado con-  
tenido de Ti en la aleación tiene por resultado que la  
masa fundida se pegue en mayor o menor grado a la pared  
del tubo. Como resultado de esto es posible solamente  
extraer varillas de una longitud limitada, mientras que  
25 la gran ventaja de dicho método de fabricación en masa  
es que pueden producirse longitudes ilimitadas de modo  
que sea posible la fabricación continua.

Tampoco es adecuado para la fabricación en  
masa el conocido y útil método, que no obstante requiere  
30 tiempo y resulta caro, de obtener monocristales y pseudo-

7 JUN 

327640

5 monocristales extrayendo una varilla de masa fundida que  
contiene  $H_2$  en una dirección ascendente. Sin embargo, de  
esta manera solamente pueden obtenerse varillas de unos  
pocos mm de espesor y debería asegurarse exactamente que  
10 la película de óxido que flota sobre la masa fundida no  
perturbe la orientación cristalina deseada. La atmósfera  
muy pura requerida para dicho método, requiere sin embar-  
go, que se tomen medidas particulares que no son muy  
atractivas para la producción en masa. Debería mencio-  
narse que de esta manera es posible obtener valores  $(BH)_{max}$   
de aproximadamente  $1.1 \times 10^6$  Oe. combinados con fuerzas  
coercitivas de 1300-1500 Oersted.

15 Una mejora con respecto a la fabricación en  
masa se obtuvo con el método de la así llamada fusión  
de zona flotante, en que varillas de la aleación en con-  
sideración son desplazadas a través de una zona de ca-  
lentamiento. El calentamiento se efectúa por medio de  
una bobina delgada de alta frecuencia a través de la cual  
se extiende la varilla. En la zona de calentamiento la  
20 aleación funde después de lo cual, durante el enfriamien-  
to, se obtiene de manera conocida la orientación cristala-  
lina axial deseada. Este método proporciona la posibili-  
dad de usar una planta semi o totalmente automática ade-  
cuada para varias aleaciones.

25 Sin embargo, una desventaja de dicho método  
consiste en que, durante la operación, el centro de la  
varilla, particularmente en el método de fusión por zo-  
na flotante sin el uso de un crisol, no siempre coinci-  
de con el centro del espacio encerrado por la bobina de  
30 alta frecuencia, como resultado de lo cual se obtiene un

327640



rente de solidificación inclinado, lo que tiene por resultado que en algunas partes de la varilla los cristales no serán axialmente orientados en la dirección  $\angle 100 \angle$ , sino, por ejemplo, en la dirección  $\angle 110 \angle$ .

5 Otra desventaja es que a pesar de las precauciones que se tomen, el calor se disipará aún en una dirección radial que mejora una dirección indeseada de crecimiento de los cristales, a saber desde el interior hacia el exterior.

10 Una desventaja muy importante de dicho imán es que la zona fundida muestra flujos de convección como resultado de la presencia de la bobina de alta frecuencia. Como resultado de esto se forman muchos cristales nuevos con orientaciones arbitrarias, lo que es muy indeseable.

15 Un resultado de dichas desventajas es que el producto de energía es siempre menor que  $9 \times 10^6$  Oe.

Las desventajas precedentemente mencionadas se evitan por medio del método de acuerdo con la invención. La invención se basa en el reconocimiento del hecho que  
20 para obtener imanes permanentes magnéticamente anisotrópicos, con un valor  $(BH)_{max}$  elevado y una fuerza coercitiva elevada partiendo de dicho grupo de aleaciones, debense ser óptimas particularmente, las condiciones en el frente de solidificación de la masa fundida. Además de la  
25 disipación de calor en la dirección axial, deberán tomarse medidas adicionales para detener la deseada orientación cristalina en un grado suficiente. Un criterio para esto es que el valor  $(BH)_{max}$  debe ser al menos  $9 \times 10^6$  Oe.

30 La velocidad de solidificación  $R$ , particularmen-

327640



te, debe cumplir exigencias especiales dependientes de la composición de la aleación y dependientes de las cantidades determinadas por el aparato usado.

Para ese fin, el método de acuerdo con la invención se caracteriza porque después que ha sido eliminada la película de óxido entre la semilla y la masa fundida, la masa fundida es puesta en contacto de manera conocida con una semilla que tiene una estructura cristalina cúbica, cuya dirección  $[100]$  está orientada axialmente y que en la fase líquida es miscible con la masa fundida, fundiendo parcialmente la semilla durante el contacto y formando una fase fundida dendrítica con una dirección  $[100]$  axialmente orientada de los cristales, y que la velocidad de solidificación  $v$  (mm/min) para un contenido de Ti determinado y un gradiente de temperatura  $G$  (°C/mm) determinado en el frente de solidificación es mantenido por debajo de un valor máximo determinado.

De acuerdo con este método es posible producir en masa de una manera completamente reproducible varillas de acero magnético de cualquier diámetro deseado, cuyo producto de energía  $(BH)_{max}$  tiene valores de 9 a  $12 \times 10^6$  Oe. Estos altos valores de  $(BH)_{max}$  pueden ser obtenidos con aleaciones que tienen más de 1% de Ti. El valor de la fuerza coercitiva  $H_c$  puede ser aún de 2000 Oe cuando la composición es elegida de manera adecuada; éste es el caso por ejemplo, con una composición que contiene 40% de Co. y 7,5% de Ti.

Aunque en un horno usado para alcanzar el fin en consideración se ajuste un determinado gradiente de



327640



temperatura en el frente de solidificación en la masa fundida, lo que finalmente es decisivo para el producto que debe ser fabricado - diferirá considerablemente del primer gradiente mencionado. Esta diferencia es determinada principalmente por la velocidad  $R$  con que se desplaza el frente de solidificación. Así la velocidad de solidificación  $R$  es la cantidad variable más importante.

En el dibujo se muestra como la velocidad de solidificación  $R$  máxima permisible para un gradiente de temperatura  $G$  determinado depende del porcentaje de la aleación. Cuando se eligen combinaciones del porcentaje de  $Ti$  y una velocidad de solidificación  $R$  por debajo del área sombreada, se obtiene una orientación cristalina satisfactoria en los imanes. Por encima de dicha área la orientación resultante es mala. Con las combinaciones en el área de transición sombreada se alcanzan valores de  $(EH)_{max}$  de 4 a  $9 \times 10^6$  COE.

Es esencial para el método de acuerdo con la invención que la solidificación de la aleación comience después que la masa fundida se ha puesto en contacto con una semilla que tiene una superficie límite formada, dendríticamente orientada en la dirección  $[100]$ . Como semilla puede usarse, por ejemplo, un monocristal cúbico de una aleación de la composición: 24% de Co, 14% de Ni, 3% de Cu, 8,0% de Al, el resto Fe, conocido bajo la marca "Ticonal C/C". Una vez que se ha solidificado una parte de la masa fundida, este acero magnético recientemente formado, puede servir, por sí mismo, como una semilla para obtener la orientación cristalina deseada en la masa fundida que aún debe solidificarse.

327640

7 u



5 Cuando la masa fundida es puesta en contacto con una semilla, primero deberá eliminarse la película de óxido que está presente siempre sobre la superficie de tal masa fundida (tanto de la semilla parcialmente fundida como sobre la aleación que debe ser puesta en contacto con la misma). De acuerdo con una característica de la invención, la película de óxido entre la semilla y la masa fundida es eliminada por medio de criolita -- (Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>). Esta criolita es provista sobre la superficie límite de la semilla antes que la masa fundida y las semillas son puestas en contacto entre sí. Cuando la película de óxido es puesta en contacto con la criolita, se disuelve la misma, después de lo cual se produce un contacto fácil entre la masa fundida y la semilla.

10  
15 De acuerdo con otra realización del método de acuerdo con la invención, la película de óxido es eliminada por medios mecánicos. Esto puede hacerse, por ejemplo por medio de una varilla agitadora. Como alternativa, de acuerdo con otra realización del método de acuerdo con la invención, la película es eliminada por medio de los flujos de convección de la masa fundida. Estos flujos de convección serán suficientemente operativos solamente cuando el diámetro de la masa fundida es grande, (>10 mm). La película puede ser empujada hacia arriba por dichos flujos.

20  
25 La invención se refiere también a imanes permanentes fabricados por uno o más de los métodos descriptos.

30 A fin de que la invención pueda ser fácilmente llevada a la práctica, se describirán detalladamente, a

327640



título de ejemplo, unas pocas realizaciones de métodos de acuerdo con la invención con referencia a los ejemplos específicos siguientes:

EJEMPLO I.-

- 5 Una varilla de 50 cm de largo y 20 mm de diámetro, de una aleación con la composición
- 35% de Co  
34,5% de Fe  
14,5% de Ni  
10 7,3% de Al  
4,5% de Cu  
5,2% de Ti

- es colocada sobre una semilla que consiste en unos cristales orientados con la dirección  $[100]$  en la dirección del eje de la varilla y que tiene la composición:
- 15 24% de Co.  
14% de Ni  
3% de Cu  
8% de Al  
20 el resto Fe.

- Una capa de criolita es provista sobre la superficie límite entre la semilla y la varilla. Un tubo cerámico es deslizado sobre la varilla y la semilla, después de lo cual el conjunto es colocado en un horno vertical.
- 25 La varilla es fundida en una atmósfera de gas argón limpio. La posición del tubo en el horno es elegida de modo tal que funde también parte de la semilla orientada.

- El tubo cerámico es luego hecho descender fuera del horno a una velocidad  $R = 0,25$  mm/min.
- 30

7 JUN



# 327640

El gradiente de temperatura en el frente de radiación es 5°C/mm.

Después de un tratamiento térmico en un campo magnético, las propiedades magnéticas son:

5

$$(BH)_{\max} = 10 \times 10^6 \text{ Oe}$$

$$H_c = 1500 \text{ Oe}$$

Si la velocidad  $R = 2 \text{ mm/min}$ , estas propiedades son:

10

$$(BH)_{\max} = 7,5 \times 10^6 \text{ GOe}$$

$$H_c = 1450 \text{ Oe}$$

EJEMPLO II.--

Una varilla con un diámetro de 10 mm de una aleación de la composición:

15

35,4% de Fe

34% de Co

14,5% de Ni

7,3% de Al

4,5% de Cu

4,3% de Ti.

20

es tratada de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo I.

La velocidad  $R$  es 1,0 mm/min

Las propiedades magnéticas resultantes son:

25

$$(BH)_{\max} = 9 \times 10^6 \text{ GOe}$$

$$H_c = 1200 \text{ Oe}$$

Si la velocidad  $R = 3,5 \text{ mm/min}$ , estas propiedades son:

$$(BH)_{\max} = 6,8 \times 10^6 \text{ GOe}$$

$$H_c = 1160 \text{ Oe}$$



327640

EJEMPLO III.-

Una varilla, diámetro 20 mm, de una aleación de la composición.

- 5 40,0% de Co
- 27,5% de Fe
- 14,0% de Ni
- 8,0% de Al
- 7,5% de Ti
- 3,0% de Cu

10 es tratada de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo I.

La velocidad  $R = 0,15$  mm/min

Las propiedades magnéticas resultantes son:

- 15  $(BH)_{max} = 9,1 \times 10^6$  GOe
- $H_c = 1980$  Oe

Si la velocidad  $R = 1,5$  mm/min, las propiedades magnéticas resultantes son:

- 20  $(BH)_{max} = 7,0 \times 10^6$  GOe
- $H_c = 1870$  Oe

EJEMPLO IV.-

Una varilla de un diámetro de 20 mm, de una aleación con la composición:

- 25 29% de Co
- 14% de Ni
- 8% de Al
- 3% de Cu
- 3% de Ti
- 2% de Nb
- 30 el resto Fe

327640



es tratada de la misma manera que se ha descripto en el Ejemplo I.

La velocidad N es 2 mm/min

Las propiedades magnéticas resultantes son:

5  $(BH)_{\max} = 9,2 \times 10^6 \text{ GOe}$

$H_c = 1250 \text{ Oe}$

Si la velocidad B es 5 mm/min, las propiedades magnéticas resultantes son:

10  $(BH)_{\max} = 6,2 \times 10^6 \text{ GOe}$

$H_c = 1210 \text{ Oe}$

Habiendo así particularmente descripto y determinado la naturaleza de la invención y la manera como la misma puede ser llevada a la práctica, se declara que el objeto principal de la misma y las distintas realizaciones del mismo, en lo que a su alcance y reivindicación de propiedad y derecho exclusivo se refiere, están definidos en las cláusulas que forman parte inseparable de la presente memoria descriptiva y que siguen a continuación.

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 9 de Junio de 1.965, bajo el n.º. 65-07303, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

H O T A

25 Los puntos de invención propia y nueva, que se

327640



presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Método de fabricación de cuerpos de imanes permanentes, magnéticamente anisotrópicos, en forma de varilla que tienen una estructura cristalina cúbica y una dirección  $[100]$  de los cristales que está orientada de manera substancialmente axial, partiendo de una aleación que contiene, además de Fe y las impurezas normales,  
10 16-42% de Co, 7-20% de Ni, 6-11% de Al, 0-10% de Cu, 1-10% de Ti, 0-4% de Nb, 0-8% de Ta, 0-1% de Si, 0-1% de S, siendo enfriada una masa fundida de dicha aleación con un gradiente de temperatura, caracterizado porque después que es eliminada la película de óxido entre la semilla y la masa fundida, la masa fundida es puesta en  
15 contacto de manera conocida con una semilla que tiene una estructura cristalina cúbica, cuya dirección  $[100]$  está axialmente orientada y que en la fase líquida es miscible con la masa fundida, fundiendo parcialmente la semilla  
20 durante dicho contacto y formando una superficie límite dendrítica con una dirección  $[100]$  axialmente orientada de los cristales y que la velocidad de solidificación  $R$  (mm/min) para un contenido determinado de Ti un gradiente de temperatura  $G$  (°C/mm) determinado, en el frente de  
25 solidificación, es mantenida por debajo de un valor máximo determinado.

30 2.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la película de óxido entre la semilla y la masa fundida es eliminada por medio de criolita ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ).

327640



3.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la película de óxido entre la semilla y la masa fundida es eliminada por medios mecánicos.

5 4.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la película de óxido entre la semilla y la masa funda es eliminada por medio de los flujos de convección en la masa fundida.

5.- Método de fabricación de cuerpos de imanes permanentes.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid,

P. A.

7 JUN 1900

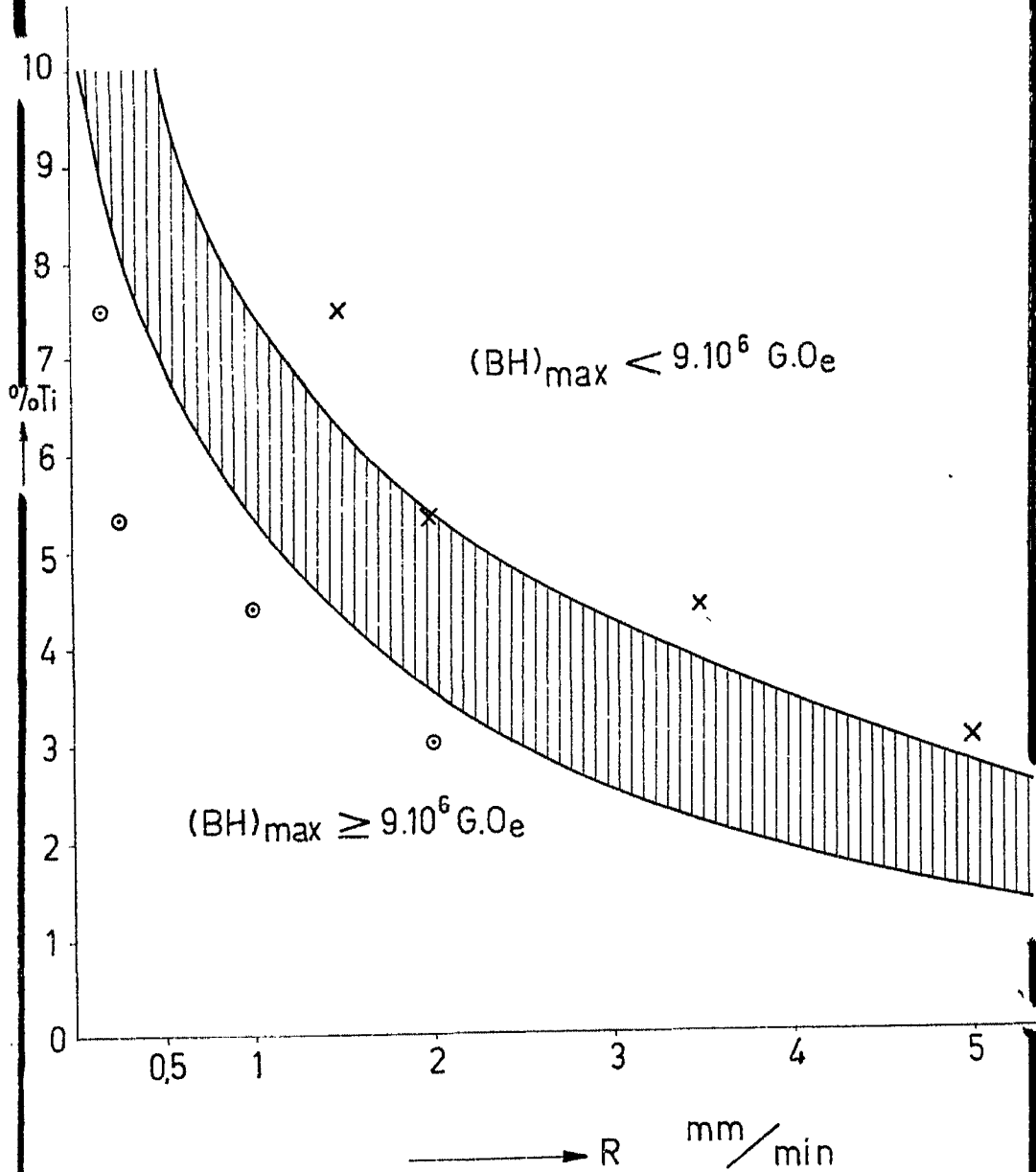
Alberto de Eizaburu  
Por Poder

BPD/.





327640



*[Handwritten signature]*  
N.V. PHILIPS' GLOEI LAMPEN FABRIEKEN