

P.- 40.643

CEE/GHK  
"Columnar Magnete by  
Vacuum Melting"

363

22.11.69

**Memoria descriptiva**



SECCION TÉCNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>C22</u>
SUBCLASE <u>C</u>
por <u>20</u> años

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de INTERNATIONAL NICKEL LIMITED

entidad / de nacionalidad británica

con domicilio en Thames House, Millbank, Londres, Inglaterra,

por: "UN METODO DE PRODUCIR UN LINGOTE PARA CONSTRUIR UN  
IMAN PERMANENTE".- (Clase Internacional C226)

---

22 FEB 1969



P.- 40,643

5 Es conocido que para producir imanes permanentes de aleaciones de hierro, aluminio, níquel y cobalto, con o sin cobre y niobio, es deseable colar las aleaciones - de manera tal que se produzca una estructura cristalina - columnar, ya que esta estructura ofrece los máximos beneficios de anisotropía magnética cuando la aleación es finalmente magnetizada.

10 Es esencial un cuidadoso ajuste de la composición de las aleaciones si éstas han de rendir buen crecimiento columnar durante la solidificación y si no se han de perjudicar las propiedades magnéticas globales de las aleaciones. Se ha conocido desde hace tiempo que la presencia de titanio conduce a un aumento de la coercividad de estas aleaciones y que el niobio puede reemplazar a parte del -  
15 titanio presente, aunque, en la ausencia del titanio, el niobio no comunicará coercividad del alto grado que se puede obtener con titanio. Sin embargo, el titanio y el niobio tienen un efecto desfavorable sobre el crecimiento de cristales columnares.

20 También es conocido, tal como se describe en - un artículo de J. Harrison y W. Wright publicado en "Cobalt", número 35, Junio 1.967, páginas 63 a 68, que la -  
25 adición de azufre hace posible obtener una estructura columnar a pesar de la presencia de titanio en cantidades hasta de 8%. No obstante, la cantidad de azufre requerido, a saber de 1% o más, es muy perjudicial para las -



propiedades magnéticas de las piezas coladas. Trabajos más recientes descritos en un artículo por Y. Kamata y T. Anbo en Nippon Kinzoku Gakkai Zasshi, 1.967, 31, 1053-1057, ha mostrado que el producto de los porcentajes de aluminio - y titanio ( $Al \times Ti$ ) es un factor importante, y que cuando aumenta la proporción de éste al azufre, también aumenta la dificultad o incluso la imposibilidad de obtener una estructura columnar. Kamata y Anbo mostraron también que si se introduce carbono así como azufre, se pueden producir estructuras columnares con mayores valores de ( $Al \times Ti$ ).

Aunque la adición de azufre es ventajosa para favorecer la cristalización columnar, el azufre tiene un efecto desfavorable sobre las propiedades magnéticas. Por esta razón, se han efectuado intentos, incluyendo la fusión en vacío, de activar la cristalización columnar en aleaciones que contienen titanio sin utilizar azufre, pero han sido insatisfactorios. Harrison y Wright indicaron que "las aleaciones fundidas en vacío, coladas dentro de moldes exotérmicos, no mostraron más tendencia a ser columnares que aleaciones fundidas en aire de la misma composición". Kamata y Anbo no parecen haber considerado la fusión en vacío.

Este invento está basado en el sorprendente descubrimiento de que se puede realizar cristalización columnar por la presencia de carbono solo sin nada de azufre, si las aleaciones son mantenidas bajo vacío antes de ser coladas.

22 F



5 Las aleaciones que responden a este tratamiento son las que contienen de 5 a 11% de aluminio, de 7 a 25% de níquel, de 20 a 55% de cobalto, de 1 a 6,5% de titanio, de 0 a 10% de cobre, y de 0 a 4% de niobio, siendo hierro el resto, excepto las impurezas. Tal como es bien conocido, manantiales comerciales de niobio contienen generalmente algo de tántalo, y todas las referencias en esta Memoria al niobio se refieren a la cantidad total de niobio y tántalo.

10 De acuerdo con el invento, una masa fundida que contiene todos los constituyentes de la aleación excepto titanio y aluminio, pero que incluyen una cantidad pequeña pero eficaz de carbono, es sometida a vacío, siendo eliminado de esta manera el monóxido de carbono formado por la reacción, se añaden titanio y aluminio, y la masa fundida es mantenida durante al menos 2 minutos bajo vacío antes de colar dentro de un molde para lingotes.

15 En el procedimiento preferido, la fusión propiamente dicha se efectúa bajo un gas inerte para reducir la violencia de la ebullición del carbono y del oxígeno, la masa fundida es sometida a continuación a vacío evacuando por bombeo el horno, se añaden aluminio y titanio bajo un gas inerte, y la masa fundida es sometida nuevamente a vacío.

25 La extensión de la cristalización columnar depende de la cantidad de carbono. Son eficaces cantidades incluso muy pequeñas, por ejemplo de 0,01% o menores, pero



22 FEB 1969

para compensar las pérdidas debidas a la reacción con -  
óxidos en los materiales de carga durante la fusión es -  
necesario añadir un exceso de carbono. Cuando se emplean -  
materiales de carga puros, tales como hierro electrolí -  
tico, gránulos de níquel carbonilo, gránulos de cobalto,  
5 cobre electrolítico, aleación de níquel, titanio y alu -  
minio, y aluminio puro, la cantidad de carbono añadido es  
preferiblemente de 0,04 a 0,15%, pero puede ser tan alta  
como 0,25%.

10 Preferiblemente, el carbono es incorporado en  
la carga de base, por ejemplo en forma de una aleación -  
pura de hierro y carbono, o de grafito, antes de que se  
efectúe la fusión.

15 Las aleaciones pueden ser coladas de cualquier  
manera convencionalmente utilizada para producir imanes -  
con cristales columnares, por ejemplo dentro de un molde -  
exotérmico con enfriamiento hasta baja temperatura en el -  
fondo.

20 Para llevar a cabo el invento se prefiere colo -  
car una carga que contiene el hierro, el cobalto, el ní -  
quel y el cobre juntamente con carbono en forma de grafito  
en un crisol dentro de un horno de vacío, reducir la pre -  
sión en el horno hasta 2 micras de mercurio y dejar pasar  
argón hasta una presión de 100 mm. de mercurio. La carga -  
es fundida bajo esta presión de argón, y después la pre -  
25 sión es nuevamente reducida hasta 2 micras de mercurio -  
para eliminar gas desde la masa fundida. En vista de la di -  
ficultad de efectuar cualquier adición bajo vacío, se ad -

22 FEB.



5 mite argón nuevamente a continuación hasta una presión -  
de 100 mm. de mercurio, se añaden el aluminio y el titanio  
y la presión se reduce una vez más hasta 2 micras. La masa  
fundida es mantenida a esta presión durante 10 minutos a  
10 1650°C. antes de ser colada. La colada se efectúa en el -  
horno con el fin de evitar contacto entre el metal fundi -  
do y oxígeno o nitrógeno antes o durante la colada. Es de-  
seable evitar pérdidas de calor por los lados del molde, y  
por lo tanto la masa fundida es colada ventajosamente den -  
15 tro de un molde exotérmico con un enfriamiento hasta baja -  
temperatura en el fondo, a menos que el horno esté construí-  
do de tal manera que un molde previamente calentado pueda -  
ser introducida sin la admisión de aire. Se deja pasar ar-  
gón en el horno hasta una presión de 700 mm. de mercurio -  
antes de la colada, ya que de otra manera el violento des-  
prendimiento de gas desde el molde exotérmico en vacío -  
podría destruir el molde. Cuando el metal ha sido colado, -  
es deseable abrir el horno lo antes posible y colocar un -  
20 compuesto exotérmico sobre la parte superior del metal fun-  
dido, que a continuación es dejado sin perturbar hasta que  
la solidificación está completa.

25 En lingotes de 47 mm. de diámetro y 150 mm. de  
altura, la producción de una zona columnar de 50 mm. de -  
altura es satisfactoria. Las composiciones analizadas de -  
dos de tales lingotes producidos de acuerdo con el invento,  
juntamente con la cantidad de carbono añadido a la masa -  
fundida inicial, y la altura de la zona columnar en mm, es-  
tán mostrados en la tabla siguiente.

22 FEB 1960



% de C.añadido a la carga de base	Zona columnar altura (mm).	Composición química, resto hierro % en peso						
		C	Co	Ti	Cu	Ni	S	Al
0,05	50	0,048	29,9	5,1	2,9	15,1	0,008	7,6
0,10	63	0,052	34,1	4,9	3,4	14,9	0,004	6,8

Con el fin de producir imanes permanentes, porciones columnares de lingotes producidos de acuerdo con el invento pueden ser tratadas térmicamente y magnetizadas de la manera convencional. Así, pueden ser sometidas a un tratamiento térmico que comprende las etapas de calentar en solución, enfriar rápidamente, calentar en un campo magnético y envejecer isotérmicamente, y después de esto pueden ser magnetizadas para comunicarles buenas propiedades magnéticas permanentes.

Las propiedades magnéticas de la aleación número 2 fueron determinadas después de dicha magnetización, que en realidad consistía en calentar en solución durante una hora a 1275°C, enfriar rápidamente en aceite, calentar en un campo magnético de 3800 oersteds, y envejecer durante 32 horas a 590°C seguido por 32 horas a 560°C. Diferentes muestras fueron calentadas a diferentes temperaturas en el campo magnético. Las propiedades magnéticas obtenidas a estas temperaturas diferentes de calentamiento fueron las siguientes:



Temperatura	Remanencia B <sub>r</sub> (kilogauss) <sup>r</sup>	Producto de energía (BH) <sub>max</sub> (Megagauss-Oers - teds).	Fuerza coercitiva H <sub>c</sub> (Oersteds)
799°C	11,1	5,4	1080
812°C	11,4	11,4	1450
820°C	11,5	10,0	1370

5

10

Esta Solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 30 de Enero de 1.968, bajo el número 4800/68 (provisional), se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

#### N O T A

15

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:

20

1). Un método de producir un lingote para construir un imán permanente que tiene una estructura cristalina columnar de una aleación que contiene de 6 a 11% de aluminio, de 7 a 25% de níquel, de 20 a 55% de cobalto, de 1 a 6,5% de titanio, de 0 a 10% de cobre y de 0 a 4% de niobio, siendo hierro el resto excepto carbono e impurezas, que comprende formar una masa fundida de los constituyentes, excepto titanio y aluminio, e incluir en ella

25

22 FEB



una cantidad pequeña pero eficaz de carbono, someter a -  
vacío a la masa fundida, añadir el titanio y el aluminio,  
y mantener bajo vacío la masa fundida durante al menos -  
2 minutos antes de colar en un molde para lingote.

5                    2). Un método de acuerdo con la reivindicación 1,  
en que la masa fundida inicial es formada bajo un gas -  
inerte y después es sometida a vacío, el titanio y el alu-  
minio son añadidos bajo un gas inerte, y después de -  
esto la masa fundida es puesta de nuevo bajo vacío y man-  
10                    tenida antes de colar.

3). Un método de acuerdo con la reivindicación 1  
o la reivindicación 2, en que la cantidad de carbono aña-  
dido a los metales en la masa fundida inicial es al menos  
de 0,04%.

15                    4). Un método de acuerdo con la reivindicación -  
3, en que la cantidad de carbono añadido no pasa de 0,15%.

5). Un método de producir un lingote para cons -  
truir un imán permanente.

20                    Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede, y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

22 FEB. 1969

P.A.

25