

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: **79420003.0**

51 Int. Cl.<sup>2</sup>: **C 21 D 6/00**  
**C 22 C 38/30, C 22 C 19/07**  
**C 22 C 27/06**

22 Date de dépôt: **11.01.79**

30 Priorité: **19.01.78 FR 7802104**

71 Demandeur: **AIMANTS UGIMAG S.A.**  
**F-38830 Saint-Pierre-d'Alleverd(FR)**

43 Date de publication de la demande:  
**08.08.79 Bulletin 79/16**

72 Inventeur: **Bronner, Claude**  
**Clos Fleurs et Neige St. Martin-d'Uriage**  
**F-38410 Uriage(FR)**

64 Etats contractants désignés:  
**DE GB NL SE**

72 Inventeur: **Jullien, Daniel**  
**50 rue Jean-Jacques Rousseau**  
**F-38400 St.-Martin-d'Herès(FR)**

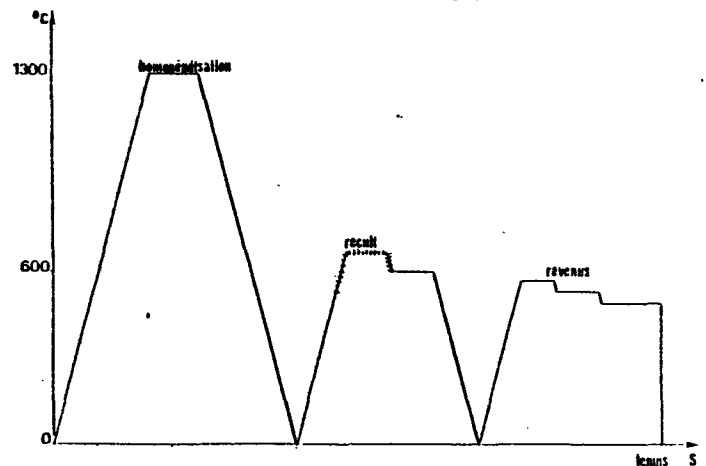
74 Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude et al,**  
**PECHINEY UGINE KUHLMANN 28, rue de Bonnel**  
**F-69433 Lyon Cedex 3(FR)**

64 **Procédé de traitement thermique des alliages Fe-Co-Cr pour aimants permanents et produits ainsi obtenus.**

57 L'invention concerne un procédé de traitement thermique d'un alliage Fe-Co-Cr pour aimant permanent, constitué de 10 à 40 % de Co, 10 à 40 % de Cr, de 0 à 10 % d'un ou plusieurs éléments du groupe Al, Nb, Ta, W, Mo, V, Ti, Si et Cu, le reste étant du fer, procédé comportant une homogénéisation entre 1200 et 1400°C, un recuit et un ou plusieurs revenus entre 500 et 600°C.

Selon l'invention, le recuit comporte deux étapes, la première entre 630 et 670°C pendant 5 à 30 minutes, la seconde, sans retour à l'ambiante, à une température inférieure de 40 à 70°C à la précédente pendant au moins 10 minutes.

On obtient ainsi des aimants isotropes ou anisotropes dont la courbe d'hystérésis présente une meilleure rectangularité.



**EP 0 003 466 A1**

-1-

PROCEDE DE TRAITEMENT THERMIQUE DES ALLIAGES Fe-Co-Cr  
POUR AIMANTS PERMANENTS ET PRODUITS AINSI OBTENUS

La présente invention concerne un procédé de traitement thermique des alliages Fe-Co-Cr destinés à la fabrication d'aimants permanents ainsi que les aimants réalisés par ce procédé. Ces alliages ont pour composition (en poids) :

- 5                           Co : 10 à 40 %  
                              Cr : 10 à 40 %

éventuellement un ou plusieurs des éléments Al, Nb, Ta, W, Mo, V, Ti, Si, Cu en quantité totale inférieure à 10 %, le reste étant du fer.

- 10 Le brevet français n°2.149.076 décrit certains alliages de ce type ainsi que leurs traitements thermiques. On moule une première forme que l'on soumet à un traitement d'homogénéisation à haute température entre 1200 et 1400°C pendant plus de 10 minutes, suivi d'une trempe rapide jusqu'à la température ambiante. A ce stade, le corps moulé  
15 peut subir, sans difficulté particulière, diverses opérations de mise en forme telles que laminage, perçage, usinage, etc... pour l'amener à une forme proche de la forme définitive.

- Ensuite, le corps est soumis à un traitement isotherme de recuit dans  
20 un champ magnétique, à une température comprise entre 580 et 650°C (de préférence 600 à 640°C) pendant une période de 10 minutes à 2 heures, mais préférentiellement de l'ordre de 30 minutes. Après retour à la température ambiante, la pièce est soumise à un ou plusieurs revenus à des températures comprises entre 530 et 650°C pendant 1 à 9 h,  
25 ces revenus pouvant se faire à des températures étagées décroissantes.

-2-

On constate alors que ces différents revenus ont tendance à diminuer la rectangularité du cycle d'hystérésis mesurée par le rapport  $\eta$  entre l'énergie spécifique (BH) max et le produit  $B_r H_c$  de l'induction rémanente par le champ coercitif.

5

D'autre part, si l'on veut obtenir une énergie spécifique (BH) max supérieure à  $5 \cdot 10^6$  Gauss-Oersteds, il faut procéder, comme le montre l'exemple 12 du brevet français précité, à une opération de corroyage supplémentaire (laminage ou forgeage) entraînant une réduction de la section transversale de la pièce. L'expérience montre que dans de nombreux cas, cette opération conduit à une fissuration ou une rupture de la pièce due au fait qu'à ce stade, l'alliage est biphasé et fragile.

Le but de la présente invention est d'éviter ces inconvénients et de permettre la fabrication d'aimants permanents anisotropes du type Fe-Cr-Co présentant un coefficient  $\eta$  de rectangularité de la courbe d'hystérésis constant au cours des revenus et dont l'énergie spécifique peut dépasser  $5 \cdot 10^6$  Gauss-Oersteds sans opération de corroyage supplémentaire et, donc, sans risque de rupture.

20

Elle peut permettre également la fabrication d'aimants permanents isotropes dont la courbe d'hystérésis présente une rectangularité plus grande que celle obtenue avec les traitements connus.

25 L'invention consiste à réaliser le traitement de recuit qui suit la trempe après homogénéisation en deux étapes :

- une première étape à une température comprise entre 630 et 670°C pendant une durée comprise entre 5 et 30 minutes ;
  - une seconde étape immédiatement après, sans retour à basse température, à une température inférieure de 40 à 70°C à la précédente pendant
- 30 au moins 10 minutes.

La durée de la première étape est suffisamment courte pour éviter la précipitation de la phase  $\sigma$  fragile dans l'alliage. La température de maintien pendant cette première étape est comprise de préférence entre

35 640 et 660°C.

-3-

Le traitement de revenu se fait préférentiellement en trois étapes de durée croissante à des températures étagées décroissantes d'environ 30°C. Ces étapes peuvent être enchaînées ou séparées par des retours à la température ambiante.

5

Pour réaliser des aimants permanents anisotropes, on applique, pendant la première étape du recuit, un champ magnétique dont la courbure des lignes de champ est appropriée à l'application envisagée de l'aimant.

La seconde étape du recuit peut se faire avec ou sans action d'un  
10 champ magnétique.

Bien entendu, pour obtenir des aimants isotropes, le traitement de recuit ne comporte aucune action d'un champ magnétique.

Les alliages mis en oeuvre dans le procédé selon l'invention peuvent  
15 être obtenus de manières diverses, par exemple par fusion des éléments constitutifs à l'état pur ou à l'état préallié, ou par frittage de mélanges pulvérulents des éléments constitutifs ou d'alliages de ces éléments. On peut également appliquer le procédé à des alliages auxquels on a conféré une structure cristalline privilégiée par des moyens con-  
20 nus (gradient thermique, fusion de zone, etc...).

L'invention sera illustrée par les exemples de réalisation suivants et par la figure unique qui représente un schéma du traitement thermique d'un alliage selon l'invention, pour obtenir un aimant anisotrope,  
25 la partie hachurée de la courbe représentant la zone de temps et de température où il est nécessaire d'appliquer un champ magnétique.

Exemple 1 :

On a coulé un alliage Fe-Co-Cr de composition suivante (en poids) :

30                   Co : 20 %  
                    Cr : 29 %  
                    W : 0,5 %  
                    Fe : solde

et on lui a fait subir le traitement thermique suivant, schématisé  
35 sur la figure :

-4-

- 1) homogénéisation à 1300°C suivie d'une trempe à l'eau jusqu'à la température ambiante,
- 2) chauffage jusqu'à 655°C et maintien pendant 15 minutes en présence d'un champ magnétique de 2000 Oersteds,
- 5 3) refroidissement en 5 minutes, en présence du champ magnétique, jusqu'à 600°C,
- 4) maintien à 600°C pendant 15 minutes sans champ magnétique;
- 5) trempe à l'eau ou refroidissement à l'air jusqu'à la température ambiante,
- 10 6) revenus étagés 1h30 à 580°C puis 5 h à 550°C, puis 15 h à 520°C.

A titre de comparaison, on a réalisé le traitement de l'art antérieur dans lequel, après les 15 minutes à 655°C, on est descendu en 15 minutes à 400°C. On a mesuré dans chaque cas les caractéristiques magnétiques de l'aimant obtenu, et établi le rapport :

$$\eta = \frac{(BH) \max}{BrHc}$$

Les résultats ont été rassemblés dans le tableau I dans lequel on a désigné par :

- 20 - A et B deux résultats d'essais dans une même coulée pour laquelle le recuit a été fait, selon l'invention, en deux étapes,
- C et D deux résultats issus de la même coulée que ci-dessus ayant subi le traitement de comparaison,
- 1, 2 et 3 les mesures faites respectivement après le recuit, après
- 25 le deuxième revenu et après le troisième revenu.

Ces résultats montrent clairement qu'avec le procédé selon l'invention on obtient des aimants anisotropes ayant une énergie spécifique supérieure à  $5 \cdot 10^6$  Gauss-Oersteds et un coefficient  $\eta$  supérieur à 0,60 ce qui n'était pas possible avec le procédé de l'art antérieur sans opération supplémentaire de corroyage. De plus, les durées de traitement

30 sont raisonnables et n'élèvent pas le prix de revient.

Exemple 2 :

De même, on a appliqué un traitement identique selon l'invention, mais

35 cette fois en l'absence de champ magnétique pour réaliser des aimants

-5-

isotropes et un traitement de comparaison selon l'art antérieur identique au cas précédent, mais sans champ magnétique.

Les résultats sont indiqués au tableau II dans lequel on a désigné par A' l'essai pour lequel le recuit a été fait selon l'invention, et  
5 par C' l'essai pour lequel le traitement de recuit de l'art antérieur a été appliqué, les indices 1, 2 et 3 ayant la même signification que précédemment.

TABLEAU I

ESSAI	A1	A2	A3	B1	B2	B3
10 Br Gauss	11800	12000	12400	11900	12000	12300
Hc Oersted	565	680	670	550	675	665
(BH) <sub>max</sub> 10 <sup>6</sup> Gauss-Oersted	4,25	5,25	5,30	4,15	5,05	5,10
15 $\eta = \frac{(BH)_{max}}{BrHc}$	0,64	0,64	0,64	0,63	0,62	0,62

TABLEAU I (suite)

ESSAI	C1	C2	C3	D1	D2	D3
20 Br Gauss	12000	11600	12000	12000	11800	12100
Hc Oersted	440	740	735	410	680	680
(BH) <sub>max</sub> 10 <sup>6</sup> Gauss-Oersted	3,10	4,30	4,40	3,00	4,05	4,15
25 $\eta = \frac{(BH)_{max}}{BrHc}$	0,58	0,52	0,49	0,60	0,50	0,50

TABLEAU II

Essai	A'1	A'2	A'3	C'1	C'2	C'3
30 BrGauss	8500	8900	9050	9500	8850	9000
HcOersted	520	630	615	335	560	560
BH <sub>max</sub> (MG-Oe)	1,90	2,20	2,25	1,35	1,70	1,75
35 $\eta$	0,41	0,39	0,40	0,42	0,34	0,35

On constate que le traitement A selon l'invention améliore notablement les propriétés magnétiques d'un aimant isotrope, en particulier en ce qui concerne la rectangularité de la courbe d'hystérésis.

5 Exemple 3 :

On a traité une composition constituée (en poids) de 17 % Co, 26 % Cr, 0,5 % W, le reste étant essentiellement du fer, de la façon suivante :

- homogénéisation à 1320°C pendant 1h et trempe à l'eau,
  - chauffage jusqu'à 655°C maintenu 15 minutes en présence d'un champ magnétique de 2000 Oersteds,
  - refroidissement en 5 minutes à 590°C en présence du champ magnétique,
  - maintien à 590°C (sans champ) pendant 30 minutes et trempe à l'eau,
  - trois revenus étagés 1h30 à 580°C, puis 5h à 550°C, puis 15h à 520°C.
- Les résultats de 2 essais effectués sur cette composition après re-
- 15 cuit (1) après le 2ème revenu (2) et après le 3ème revenu (3), sont les suivants :

TABLEAU III

	Essai n°1			Essai n°2		
	1	2	3	1	2	3
20 Br Gauss	13800	13900	14200	13800	13900	14200
Hc Oersted	275	575	570	270	575	590
(BH) <sub>max</sub> MG-Oe	2,90	5,70	6,10	2,60	5,70	5,90
25 $\eta$	0,76	0,715	0,75	0,70	0,73	0,70

Exemple 4 :

On a traité une composition comprenant (en poids) 15% de Co, 24% de Cr, 30 1% W, le solde étant essentiellement du fer, de la manière suivante :

- homogénéisation à 1250°C pendant 1h, suivie d'une trempe à l'eau,
- chauffage à 670°C et maintien pendant 15 minutes en présence d'un champ magnétique de 20000ersteds,
- refroidissement en 5 minutes à 590°C (sous champ) et maintien pendant
- 35 30 minutes (hors champ) suivi d'une trempe à l'eau (ou d'un

-7-

refroidissement à l'air) jusqu'à la température ambiante,  
 - triple revenu étagé de 1h30 à 580°C, puis 5 h à 550°C, puis 15 h à 520°C.

Les résultats obtenus sur 2 échantillons sont reportés dans le tableau IV suivant (avec les mêmes notations).

TABLEAU IV

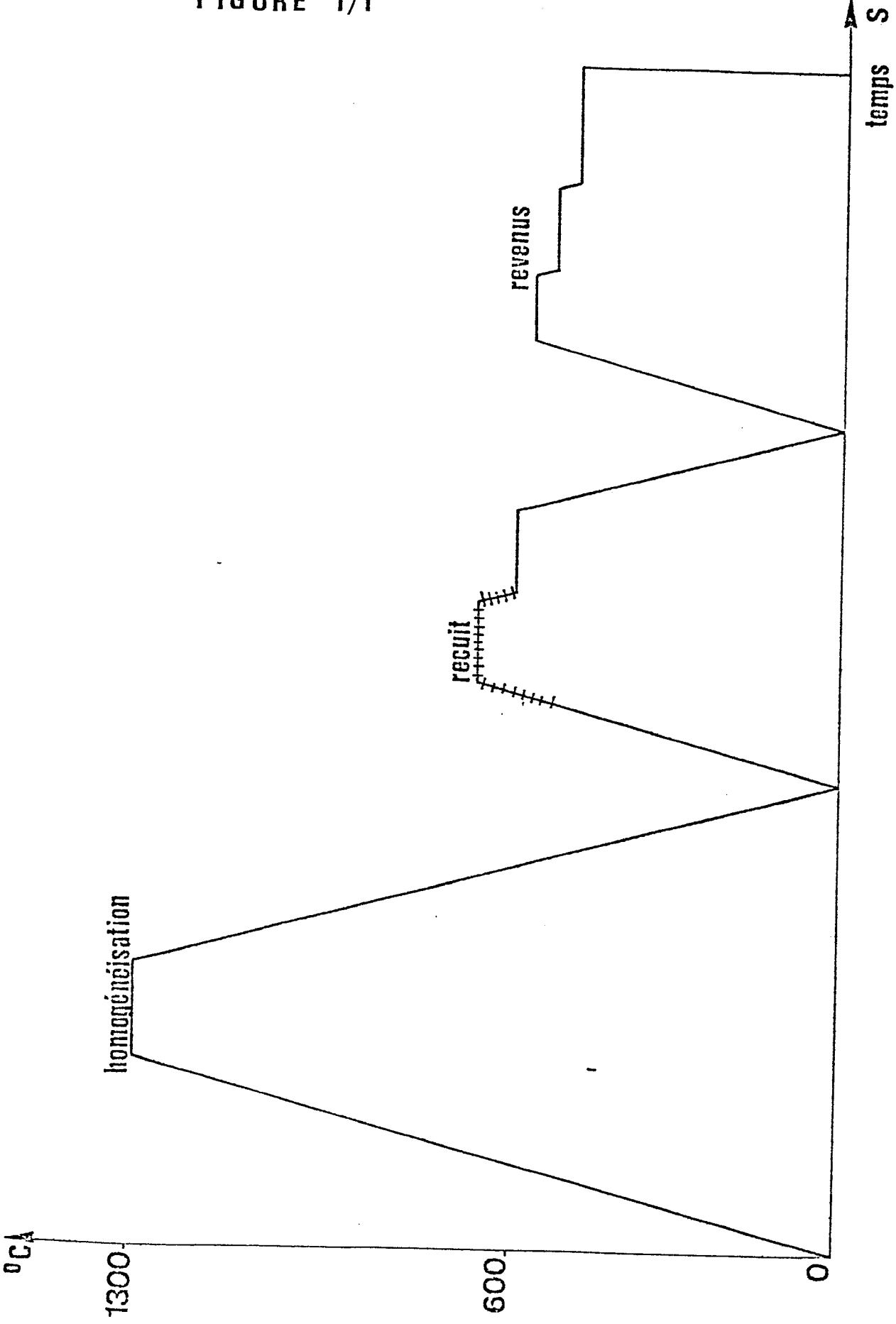
	Essai n°3			Essai n°4		
	1	2	3	1	2	3
10 Br Gauss	15000	15000	15300	14700	14700	15000
Hc Oersted	155	520	560	180	540	570
(BH)max MG-Oa	-	6,10	6,50	-	5,95	6,40
15 $\eta$	-	0,78	0,76	-	0,75	0,75

On peut constater que les compositions faiblement alliées (en Co et Cr) exemples 3 et 4, présentent des valeurs de BHmax et de  $\eta$  largement supérieures à celles obtenues avec les alliages chargés (exemple 1) représentatifs de l'état de la technique, et que le plus faiblement  
 20 allié (exemple 4) offre lui-même des caractéristiques magnétiques supérieures ou équivalentes à celles de l'alliage de composition intermédiaire (exemple 3).

REVENDEICATIONS DE BREVET

1. Procédé de traitement thermique d'un alliage Fe-Co-Cr pour aimant permanent constitué de 10 à 40 % de Co, 10 à 40 % de Cr, de 0 à 10 % d'un ou plusieurs des éléments du groupe Al, Nb, Ta, W, Mo, V, Ti, Si et Cu, le reste étant du fer, comportant une homogénéisation entre  
5 1200 et 1400°C pendant au moins 10 minutes, suivie d'une trempe rapide, un recuit et un ou plusieurs revenus à des températures comprises entre 500 et 600°C, caractérisé en ce que le recuit est réalisé en deux étapes :
- une première étape à une température comprise entre 630 et 670°C pendant une durée comprise entre 5 et 30 minutes,  
10
  - une seconde étape suivant immédiatement après la première sans retour à basse température, à une température inférieure de 40 à 70°C à la précédente pendant au moins 10 minutes.
- 15 2. Procédé selon la revendication 1, destiné à la fabrication d'un aimant permanent anisotrope, caractérisé en ce qu'on applique un champ magnétique au moins dans la première étape du recuit.
- 20 3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la température de la première étape du recuit est comprise entre 640 et 660°C.
- 25 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le traitement de revenu est effectué en trois étapes de durées croissantes à des températures étagées décroissantes d'environ 30°C l'une par rapport à l'autre.
- 30 5. Aimant permanent anisotrope réalisé par le procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 4, présentant une énergie spécifique BH max supérieure à  $5 \cdot 10^6$  Gauss-Oersteds ( $40 \text{ kJ/m}^3$ ); caractérisé en ce que son coefficient  $\eta$  de rectangularité du cycle d'hystérésis est supérieur ou égal à 0,60.

FIGURE 1/1





Office européen  
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0003466

Numéro de la demande

EP 79 42 0003

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.?)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
A	FR - A - 2 269 583 (INOUE-JAPAX RESEARCH INC.) * Revendication 1 *	1	C 21 D 6/00 C 22 C 38/30 19/07 27/06
A	FR - A - 2 069 812 (WESTERN ELECTRIC CY.) * Revendication 1 *	1	
A, D	FR - A - 2 149 076 (INOUE-JAPAX RESEARCH INC.) * Revendications 1,7,8,9 *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.?)
			C 21 D 6/00 C 22 C 38/30 19/07 27/06
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
<p>b Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications</p>			&: membre de la même famille, document correspondant
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examineur	
La Haye	06-03-1979	LIPPENS	