

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 936 638 A2**

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**18.08.1999 Patentblatt 1999/33**

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **H01F 41/02**, H01F 1/28,  
H01F 1/153, H01F 3/08

(21) Anmeldenummer: **99102027.2**

(22) Anmeldetag: **01.02.1999**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Anmelder:  
**SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT  
80333 München (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Nützel, Dieter  
91052 Erlangen (DE)**  
• **Rieger, Gotthard Dr.  
91058 Erlangen (DE)**

(30) Priorität: **12.02.1998 DE 19805812**

(54) **Verfahren zur Herstellung eines ferromagnetischen Presskörpers sowie ferromagnetischer Presskörper und Verwendung dieses Presskörpers**

(57) Verfahren zur Herstellung eines ferromagnetischen Preßkörpers aus pulverigem metallischen Material für weichmagnetische Anwendungen, insbesondere eines Magnetkerns, und aus einem Preßhilfsmittel, bei dem während des Pressens eine vorbestimmte Temperatur eingestellt wird, wobei als Preßhilfsmittel ein bei der gegebenen Preßtemperatur viskoses, bei Abkühlung erhärtendes Mittel verwendet wird.

**EP 0 936 638 A2**

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines ferromagnetischen Verbundpreßkörpers aus einem pulverigen weichmagnetischen Material und aus einem Preßhilfsmittel, bei dem während des Pressens eine vorbestimmte erhöhte Temperatur eingestellt wird. Die Erfindung betrifft ferner einen entsprechenden Verbundpreßkörper sowie dessen Verwendung.

[0002] Solche ferromagnetischen Preßkörper kommen bevorzugt in HF- und NF-Einrichtungen zum Einsatz, beispielsweise in Form von Ringmagnetkernen für Filter- oder Übertragereinrichtungen. Neben dem Kaltpressen derartiger Körper werden diese ferromagnetischen Preßlinge bevorzugt in einem Heißpreßverfahren hergestellt, bei dem Temperaturen von mehreren 100°C während des Pressens eingestellt werden. Normalerweise zeigen metallische Pulver mit flakeförmiger Pulvergeometrie ein relativ ungünstiges Preßverhalten, welches sich in mechanisch instabilen Preßkörpern mit ungünstiger Formstabilität sowie niedrigen relativen Dichten äußert. Diese Probleme wirken sich insbesondere bei Partikelgrößen über 200 µm stark aus. Dieser Größenbereich bis hin zu 2000 µm wird aber zunehmend interessant, da große Metallpartikel verbesserte magnetische Eigenschaften wie niedrigere Koerzitivfeldstärken und höhere Permeabilitäten aufweisen. Derartige Partikelgrößen können aber auch im Rahmen eines Heißpreßverfahrens ohne Preßhilfsmittel nicht in wirtschaftlich vernünftigem Maßstab verarbeitet werden.

[0003] Ein Verfahren der eingangs genannten Art ist in DE 34 22 281 A1 beschrieben. Dort werden metallische Pulver unter Verwendung oxidischer Preßhilfsmittel in Form von SiO<sub>2</sub>, MgO oder B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> verwendet. Diese Oxide dienen der Isolation der Metallpartikel untereinander, was zur Erniedrigung der aufgrund von Wirbelstromverlusten hervorgerufenen Ummagnetisierungsverluste erforderlich ist. Die in der zitierten Fundstelle angegebenen Preßtemperaturen liegen im Bereich von ca. 400°. Die Preßtemperaturen liegen also deutlich unterhalb der Erweichungstemperaturen der genannten Bindemittel. Für den Preßling bedeutet dies, daß sich bei den in den Beispielen angegebenen Preßdrücken im Bereich mehrerer 100 MPa nur Körper mit geringer Dichte erzielen lassen, die aus einer porigen Aneinanderlagerung der Bindemittelpartikel und der Metallpartikel bestehen. Die der Fundstelle zu entnehmenden Dichten liegen im Bereich von höchstens ca. 90 %. Um größere Dichten zu erreichen, muß der Preßdruck und/oder die Preßtemperatur deutlich erhöht werden. Ein vollständiger Materialverbund zwischen den Bindemitteln in Form der angegebenen Oxide und den Metallpartikeln wird jedoch nicht erreicht. Die geringe Dichte sowie die fehlende Formstabilität wirken sich nachteilig sowohl auf das Einsatzspektrum als auch die magnetischen Eigenschaften der erhaltenen Preßlinge aus. Zum einen besteht die Gefahr, daß der mehr oder weni-

ger lose Materialverbund aufbröseln, zum anderen lassen sich infolge der geringen Dichte nur minderwertige Sättigungs- und Permeabilitätswerte erzielen.

[0004] Der Erfindung liegt damit das Problem zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, das die Herstellung ferromagnetischer Preßkörper mit hoher Dichte und günstigen magnetischen Eigenschaften bei gleichzeitiger Einhaltung tragbarer Preßparameter ermöglicht.

[0005] Zur Lösung dieses Problems ist bei einem Verfahren der eingangs genannten Art erfindungsgemäß vorgesehen, das als Preßhilfsmittel ein bei der gegebenen Preßtemperatur viskoses, bei Abkühlung erhärtendes Glaslot verwendet wird, wobei das pulverige weichmagnetische Material und das Glaslot vor dem Verpressen im wesentlichen homogen miteinander vermischt werden.

[0006] Die Erfindung sieht also mit besonderem Vorteil den Einsatz eines bei der Preßtemperatur viskosen Materials vor. Die Viskosität des Preßhilfsmittels ermöglicht ein Fließen desselben und ein leichtes Verschieben und Umschichten bzw. Ausrichten der Metallpartikel. Hierdurch ist es einerseits möglich, Preßkörper mit beachtlich hoher Dichte herzustellen, da infolge der Viskosität des Preßhilfsmittels ein wesentlich dichteres Aneinanderlagern der Metallpartikel bei gleichzeitiger Ausfüllung etwaiger Poren durch das viskose Preßhilfsmittel möglich ist. Daneben werden gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren die Metallpartikel quasi „eingeschmolzen“, d. h., sie werden vollständig in das viskose Preßhilfsmittel, welches nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wiederum ausgehärtet ist, eingebettet, so daß eine wesentlich bessere Haftung als bei den Preßlingen gemäß dem Stand der Technik erzielt werden kann. Vor allem Glaslote haben sich hier als besonders geeignet erwiesen, da sie gleichzeitig hervorragende isolierende Eigenschaften besitzen, so daß die Metallpartikel gut gegeneinander isoliert werden können. Hierdurch bedingt lassen sich insbesondere die Ummagnetisierungsverluste deutlich erniedrigen, die von Wirbelströmen aufgrund mangelhafter Isolierung der Metallpartikel gegeneinander hervorgerufen werden. Der gegenüber bisher bekannten Preßlingen wesentlich kompaktere und mechanisch stabilere Preßling weist also vorteilhaft auch verbesserte magnetische Eigenschaften auf. Infolge des bei Preßtemperatur viskos vorliegenden Glaslotes kann auch der erforderliche Preßdruck in handhabbaren Bereichen, bevorzugt im Bereich zwischen 200 MPa und 800 MPa, insbesondere zwischen 400 MPa und 500 MPa gehalten werden. Denn bedingt durch die Bewegung und Verschiebung der Metallpartikel, die bei den genannten Temperaturen infolge ihrer Größe und Struktur ein leichtes Fließen zeigen, können mit Preßdrücken insbesondere aus dem bevorzugten Druckbereich zwischen 400 MPa und 500 MPa Preßlinge mit hervorragenden Dichtewerten erhalten werden.

[0007] Um zu vermeiden, daß das Glaslot bei Preß-

temperatur zu viskos ist und die Gefahr besteht, daß es aus dem Preßling herausgedrückt werden kann, kann erfindungsgemäß das Glaslot im Hinblick auf seine Weichungstemperatur in Abhängigkeit der Preßtemperatur gewählt werden. Auf diese Weise kann sichergestellt werden, daß die Viskosität des Glaslotes noch derart hoch ist, daß die eingangs genannten Probleme nicht auftreten. Je höher die Preßtemperatur ist, desto höher sollte folglich die Erweichungstemperatur des Preßhilfsmittels sein. Die Preßtemperatur selbst liegt bevorzugt unterhalb der Kristallisationstemperatur des amorphen Metallpulvers, damit ein vollständiges Kristallisieren desselben vermieden wird und das Pulver höchstens als nanokristalline Material vorliegt. Eine Abhängigkeit der Wahl des Glaslotes ist folglich auch in Bezug auf die Kristallisationstemperatur des metallischen Pulvers möglich, d. h., je höher die Kristallisationstemperatur des metallischen Pulvers ist, desto höher kann folglich auch die Preßtemperatur und mithin auch die Erweichungstemperatur des Glaslotes sein.

**[0008]** Als besonders zweckmäßig hat sich der Einsatz eines Glaslotes erwiesen, dessen Erweichungstemperatur im Bereich zwischen 300°C und 600°C, insbesondere zwischen 400°C und 500°C liegt, wobei die Preßtemperatur im Bereich zwischen 300°C und 600°C, insbesondere zwischen 400°C und 500°C liegt. Derartige Glaslote werden beispielsweise von der Firma Schott Glaswerke als „Stabile Glaslote“ oder „Composit-Glaslote“ vertrieben.

**[0009]** Wie bereits beschrieben, härtet das erfindungsgemäß verwendete Glaslot bei Abkühlung aus. Um zu vermeiden, daß die abkühlungsbedingt hervorgerufenen Spannungen allzu groß werden, und der Preßkörper Spannungsrisse bekommt, sollte erfindungsgemäß das Glaslot im Hinblick auf seinen thermischen Ausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit des Ausdehnungskoeffizienten des metallischen Pulvers gewählt werden. Bevorzugt sollten die beiden Ausdehnungskoeffizienten möglichst nahe beieinander liegen, um ein gleichmäßiges Abkühlverhalten zu gewährleisten. Für bekannte ferromagnetische Materialien ist es deshalb besonders vorteilhaft, wenn Glaslote mit einem Ausdehnungskoeffizienten zwischen  $6$  und  $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise  $8$  und  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , verwendet werden.

**[0010]** Erfindungsgemäß kann das Glaslot in einer Menge von 1-60 Gew.-%, insbesondere 5-30 Gew.-% zugegeben werden. Mit der Menge an zugegebenem Preßhilfsmittel kann die Dichte der im Preßling befindlichen Metallpartikel eingestellt werden, was einen Einfluß auf die resultierenden magnetischen Eigenschaften hat. Zur weitgehenden Isolation der Metallpartikel gegeneinander sind höhere Mengen an Preßhilfsmittel zuzugeben, um die Wirbelstromverluste zu erniedrigen. Gegenläufig sinkt dadurch infolge der geringeren Metallpartikelanzahl die Permeabilität. Die zugegebene Menge an Preßhilfsmittel richtet sich nach den erwünschten magnetischen Eigenschaften. Dabei ist darauf hinzuweisen, daß aus den angegebenen Men-

genbereichen jedwedes Mengenverhältnis gewählt werden kann, ein hinreichend stabiler Preßling kann mit sämtlichen angegebenen Mengen erzielt werden, die Unterschiede sind schwerpunktmäßig in den magnetischen Eigenschaften gegeben, die auf diese Weise beliebig eingestellt werden können.

**[0011]** Das Glaslot besitzt erfindungsgemäß eine mittlere Korngröße zwischen  $1 \mu\text{m}$  bis  $15 \mu\text{m}$ , insbesondere zwischen  $2 \mu\text{m}$  und  $10 \mu\text{m}$ , vorzugsweise zwischen  $3 \mu\text{m}$  und  $5 \mu\text{m}$ . Hierdurch ist gewährleistet, daß es sich sicher und gleichförmig zwischen den wesentlich größeren Pulverpartikeln verteilt, welche bevorzugt eine mittlere Korngröße von  $50 \mu\text{m}$  bis  $2000 \mu\text{m}$ , insbesondere von  $100 \mu\text{m}$  bis  $1000 \mu\text{m}$ , vorzugsweise von  $300 \mu\text{m}$  bis  $500 \mu\text{m}$  aufweisen. Werden jedoch größere Pulverpartikel verarbeitet, können auch Glaslote mit größeren Partikeln bis zu  $30 \mu\text{m}$  verwendet werden. Da erfindungsgemäß das Glaslot und das Metallpulver vor dem Verpressen miteinander gemischt werden, bis eine im wesentlichen homogene Mischung vorliegt, wozu bevorzugt ein Taumelmischer verwendet wird, ist bei Verwendung eines Preßhilfsmittels mit den angegebenen mittleren Korngrößen sichergestellt, daß es im wesentlichen gleichförmig verteilt an der Außenseite der Pulverpartikel anhaftet und bei Erweichen ein Abgleiten der Pulverpartikel aneinander bei gleichzeitiger Ausbildung einer hinreichend dicken Isolations-schicht ermöglicht.

**[0012]** Die eingangs beim Stand der Technik beschriebenen Probleme treten vor allem dann deutlich zu Tage, wenn, wie erfindungsgemäß ferner vorgesehen sein kann, ein Pulver mit flakeförmigen Pulverpartikeln verwendet wird, welches bevorzugt amorph oder nanokristallin ist. Derartige Flakes besitzen eine im wesentlichen flache, plättchenartige Form. Werden diese Flakes ohne erfindungsgemäßer Verwendung des Preßhilfsmittels nach Verfahren gemäß dem Stand der Technik verpreßt, lagern sich die Pulverflakes völlig regellos zusammen. Die erzielbaren Dichten sind gering, die magnetischen Eigenschaften zumeist minderwertig. Bei Einsatz des Glaslotes jedoch ist es möglich, daß sich die flakeförmigen Metallpartikel, bei denen es sich erfindungsgemäß bevorzugt um metallisches Glas handeln kann, aneinander vorbeischieben und aneinander abgleiten, da das erweichte Glaslot die Reibung der Metallpartikel untereinander reduziert. Gleichzeitig werden Zwischenräume und Poren zwischen den Partikeln nahezu vollständig geschlossen. Die Metallpartikel können sich infolge dessen bevorzugt dem Preßdruck folgend parallel zueinander ausrichten, was einerseits zu hohen Permeabilitätswerten und niedrigen Koerzitivfeldstärken bei hoher Sättigungsmagnetisierung führt, zum anderen trotzdem eine hinreichende Isolierung der Metallpartikel gegeneinander bei gleichzeitig geringen Wirbelstromverlusten erzielt wird. Insbesondere bei Verarbeitung der flakeförmigen Metallpartikel aus metallischem Glas, welche bevorzugt aus rasch-erstarrtem Bandmaterial hergestellt werden,

zeigen sich die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens. Als metallische Gläser können bevorzugt solche auf Fe-Basis oder Co-Basis verwendet werden, wobei insbesondere die auf Fe-Basis im Hinblick auf die Materialkosten von Vorteil sind.

**[0013]** Der Eisenatom-Gehalt dieser Gläser auf Fe-Basis sollte erfindungsgemäß mehr als 70 Atom-% betragen.

**[0014]** Neben dem Verfahren betrifft die Erfindung ferner einen ferromagnetischen Verbundpreßkörper, ausgebildet aus einem Pulver eines weichmagnetischen Materials und einem Preßhilfsmittel. Dieser zeichnet sich erfindungsgemäß dadurch aus, daß das Preßhilfsmittel ein Glaslot ist, das zumindest im wesentlichen homogen mit dem weichmagnetischen Material vermischt ist. Der erfindungsgemäße Verbundpreßkörper ist bevorzugt nach dem vorbeschriebenen Verfahren hergestellt. Weitere erfindungsgemäße Ausgestaltungen des Verbundpreßkörpers sind den Unteransprüchen zu entnehmen.

**[0015]** Bevorzugt wird der Verbundpreßkörper als Teil einer weichmagnetischen Einrichtung, insbesondere in Form eines Magnetkerns, verwendet.

**[0016]** Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus den im folgenden beschriebenen Ausführungsbeispielen sowie anhand der Zeichnungen. Dabei zeigen:

- Fig. 1 eine mikroskopische Aufnahme der Metallpartikelflakes mit zugemischtem Glaslot, 30
- Fig. 2 eine mikroskopische Aufnahme eines Preßkörpers aus Flakes eines metallischen Glases ohne Glaslotzusatz, 30
- Fig. 3 eine mikroskopische Aufnahme eines Preßkörpers aus Flakes mit Glaslotzusatz, 35
- Fig. 4 ein Diagramm zur Darstellung der Frequenzabhängigkeit der Permeabilität erfindungsgemäßer Preßkörper mit unterschiedlichen Glaslotzusätzen, 35
- Fig. 5 ein Diagramm zur Frequenzabhängigkeit der Ummagnetisierungsverluste erfindungsgemäßer Preßkörper bei unterschiedlichen Glaslotzusätzen, 40
- Fig. 6 ein Diagramm zur Darstellung der Koerzitivfeldstärke im Verhältnis zum Glaslotzusatz, 45
- Fig. 7 ein Diagramm zur Darstellung der Materialverluste bei Preßkörpern ohne und mit Glaslotzusatz, und 45
- Fig. 8 ein Diagramm zur Darstellung der relativen Dichte von Preßkörpern ohne und mit Glaslotzusatz. 50

**[0017]** Fig. 1 zeigt eine elektronenmikroskopische Aufnahme einer homogenen Mischung amorpher Metallpulverpartikel mit einer Größe von 125 - 150 µm und 5 Gew.-% Glaslotzusatz. Die Herstellung erfolgte in einem Taumelmischer unter Zusatz mehrerer kleiner Metallkugeln (Durchmesser 5 mm), die eine gleichmä-

ßige Durchmischung gewährleisten sollten. Wie Fig. 1 zeigt, ist das Glaslot gleichmäßig auf der Oberfläche der Metallpartikel verteilt.

**[0018]** Bei der Auswahl geeigneter Glaslote zur Ausbildung von Verbundpreßkörpern durch Verpressen mit weichmagnetischen Pulvern sollten insbesondere die folgenden Gesichtspunkte berücksichtigt werden:

- Glaslotverbindungen werden in der Regel im Viskositätsbereich von  $10^4$  bis  $10^6$  dPas hergestellt. Glaslote erreichen diese Viskositätswerte je nach thermischer Ausdehnung im Temperaturbereich zwischen 400 bis 700°C.
- Wie bei allen Verbindungen mit Glas ist auch bei einer Glaslotverbindung die Anpassung der thermischen Ausdehnung der Verbindungspartner notwendige Voraussetzung für feste Verbindungen. In der Regel soll der thermische Ausdehnungskoeffizient der Glaslote um  $0,5 - 1 \cdot 10^{-6}/K$  unter der der Verbindungspartner liegen.
- Dabei sind der thermische Ausdehnungskoeffizient und die Löttemperatur in folgender Weise verknüpft: Je kleiner die thermische Ausdehnung, desto höher die notwendige Löttemperatur. Es gilt für den Temperaturbereich zwischen 400 bis 700°C folgende empirische Beziehung:  

$$T_{(\text{Löttemperatur Glaslot})} \approx 900 - 50 \alpha.$$
- Beim Einsatz von Glaslot für weichmagnetische Compositpulverkerne sind sowohl die Verarbeitungstemperatur des Glaslotes als auch die Anpassung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten maßgebend. Ein stark abweichender thermischer Ausdehnungskoeffizient führt über einen Spannungseintrag zu einer Verschlechterung der magnetischen Eigenschaften und/oder zu einer unzureichenden Verbindung der Pulverpartikel. Der thermische Ausdehnungskoeffizient des Glaslotes muß daher dem des ferromagnetischen Pulvers angepaßt sein. Entsprechende, unter dem Markennamen „Vitroperm 500“ bekannte Pulver haben einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa  $10$  bis  $12 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ .
- Die Kristallisationstemperatur von ferromagnetischem Vitroperm 500-Pulver liegt bei 540°C. Das Heipressen sollte unterhalb dieser Temperatur, idealerweise bei 500°C liegen.
- Die Verarbeitungstemperaturen für die Glaslote gelten häufig für eine Verarbeitungszeit von 30 - 60 min. Der Heipreproze für Compositpulverkerne beträgt zwischen 5 und 10 Minuten; daher sollte das eingesetzte Glaslot Verarbeitungstemperaturen (Löttemperaturen) zwischen 420° und 460°C aufweisen, damit in der kurzen Zeit eine ausreichende Fließfähigkeit und damit Benetzung der Pulverpartikel gewährleistet ist.
- Aus diesen Temperaturen ergeben sich für den thermischen Ausdehnungskoeffizienten für das Glaslot unter Berücksichtigung der vorstehenden

Gleichung einen Wert von 6 bis  $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , insbesondere von 8 bis  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

**[0019]** Das hier verwendete Glaslot stammt von der Firma Schott Glaswerke und trägt die Bezeichnung „G017-340“. Es handelt sich um ein sogenanntes Composit-Glaslot, dessen ideale Verarbeitungstemperatur bei  $420^\circ\text{C}$  liegt. Die idealen Verarbeitungseigenschaften werden erreicht, wenn das erweichte Glaslot eine Viskosität von  $10^4$  dPas aufweist. Dies Verarbeitungstemperatur befindet sich unterhalb der Liquidustemperatur, bei der das Glaslot eine Viskosität von  $10^2$  dPas besitzt. Das Glaslot weist folgende Eigenschaften auf:

Thermische Ausdehnungskoeffizient  $\alpha_{25-250}$ :  
 $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Dichte:

$4,8 \text{ g/cm}^3$

Dielektrizitätskonstante ( $f = 1 \text{ MHz}$ ,  $T = 20^\circ\text{C}$ )

13,4

**[0020]** Das Glaslot besteht aus folgenden Bestandteilen:

PbO > 70 Gew.-%

$\text{B}_2\text{O}_3$  > 10 Gew.-%

$\text{SiO}_2$  < 10 Gew.-%

$\text{Al}_2\text{O}_3$  > 5 Gew.-%

$\text{Li}_2\text{O}$  > 5 Gew.-%

**[0021]** Das Glaslot lag in Pulverform mit einer mittleren Korngröße ( $D_{50}$ -Wert, 50% der Partikel sind kleiner, 50% sind größer) von  $3,35 \mu\text{m}$  vor. Eine Körnung in diesem Bereich ist vorteilhaft, um eine gleichmäßige Verteilung des Glaslotes auf den Metallpartikeln zu gewährleisten. Daneben ist selbstverständlich auch die Verwendung größer klassifizierter Glaslotpulver möglich, solange eine hinreichende Verteilung gewährleistet ist.

**[0022]** Neben dem obengenannten Glaslot wurde zu Kontrollversuchen ein Glaslot der Fa. Schott, Nummer 8471, verwendet, dessen ideale Verarbeitungstemperatur bei  $440^\circ\text{C}$  liegt. Es besitzt folgende Eigenschaften:

Thermische Ausdehnungskoeffizient  $\alpha_{20-300}$ :  
 $10,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Dichte:

$6,23 \text{ g/cm}^3$

Dielektrizitätskonstante ( $f = 1 \text{ MHz}$ ,  $T = 20^\circ\text{C}$ )

17

**[0023]** Das Glaslot besteht aus folgenden Bestandteilen:

PbO > 80 Gew.-%

$\text{B}_2\text{O}_3$  > 5 Gew.-%

$\text{SiO}_2$  < 10 Gew.-%

$\text{Al}_2\text{O}_3$  < 5 Gew.-%

**[0024]** Die prinzipiellen Einflüsse der Verwendung des Glaslotes auf das Pressen wurden dabei bestätigt. Neben den genannten Glasloten sind weitere Glaslote verwendbar, deren ideale Verarbeitungstemperatur unterhalb der in der Regel  $500^\circ\text{C}$  betragenden Preßtemperatur liegen. Hier sind als von der Fa. Schott Glaswerke hergestellte Glaslote zu nennen: Nr. G017-393 (Verarbeitungstemperatur  $425^\circ\text{C}$ ), Nr. G017-383 ( $430^\circ\text{C}$ ), Nr. G017-339 ( $450^\circ\text{C}$ ), Nr. 8587 ( $435^\circ\text{C}$ ).

**[0025]** Bei den verwendeten Metallflakes handelt es sich um ein metallisches Glas auf Fe-Basis, bestehend aus Fe, Nb, Cu, Si, B gemäß folgender Zusammensetzung:

Fe 73,5 Gew.-%

Cu 1 Gew.-%

Nb 3 Gew.-%

Si 15,5 Gew.-%

B 7 Gew.-%

**[0026]** Die Fig. 2 und 3 zeigen mikroskopische Aufnahmen zweier hergestellter Preßkörper. Die Größe der verwendeten Metallpartikel betrug  $200-300 \mu\text{m}$ . Fig. 2 zeigt eine Ansicht eines Preßkörpers ohne Glaslotzusatz, Fig. 3 einen Preßkörper, dessen weichmagnetisches Material einen Verbund mit einem Glaslotzusatz von 10 Gew.-% des obengenannten Glaslotes G017-340 darstellt. Der erfindungsgemäße Preßkörper kann deshalb auch als ein Verbundpreßkörper angesehen werden. Ersichtlich liegen die Metallpartikel des in Fig. 2 gezeigten Preßkörpers unausgerichtet und regellos nebeneinander. Zwischen ihnen sind beachtliche Poren gegeben, gleichermaßen bilden sich aber auch Bereiche, an denen die Metallpartikel direkt aneinander haften. Der gezeigte Preßkörper weist relativ hohe Ummagnetisierungsverluste infolge der minderwertigen Isolierung der Metallpartikel gegeneinander auf, die Dichte ist relativ gering. Dies äußert sich in minderwertigen magnetischen Eigenschaften, die Permeabilität ist gering, die Koerzitivfeldstärke hoch.

**[0027]** Dem gegenüber steht der gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Verbundpreßkörper nach Fig. 3. Ersichtlich liegen die Metallflakes ausgerichtet zueinander. Dies wurde ermöglicht infolge des sich während des Pressens bei der Preßtemperatur erweichenden Glaslotes, welches ein Abgleiten der Metallpartikel gegeneinander ermöglichte, so daß diese dem anliegenden Druck folgen konnten. Wie Fig. 3 ferner zeigt, ist zwischen den Metallpartikeln eine hinreichende isolierende Glaslot-schicht gegeben. Der auf diese Weise hergestellte Verbundpreßkörper zeigt deutlich verbesserte magnetische Eigenschaften, die Wirbelstromverluste sind wesentlich geringer, die Permeabilität beachtlich erhöht. Auch die Dichte des Verbundpreßkörpers ist deutlich höher als die des in Fig. 2 gezeigten.

**[0028]** Die Preßparameter für die in den Fig. 2 und 3 gezeigten Kerne wie auch für sämtliche nachfolgend

beschriebenen Preßkörper waren:

Preßdruck:

500 MPA

Preßtemperatur:

500°C

Haltezeit:

5 min

Preßatmosphäre:

Vakuum ( $10^{-3}$  bar)

Preßwerkzeug:

Hartmetallformen mit Graphithülsen und Keramikstempel

Aufheiz/Abkühlbedingungen:

Aufheizen unter Druck (Aufheizgeschwindigkeit 80-100 K/min) Abkühlen druckfrei (ohne spezielle Kühlung)

[0029] Fig. 4 zeigt ein Diagramm der Frequenzabhängigkeit der Permeabilität von erfindungsgemäßen Verbundpreßkörpern. Dargestellt ist das Verhalten dreier verschiedener Preßkörper, die hinsichtlich des Glaslotzusatzes variieren. Ein Preßkörper enthielt 5 Gew.-% Glaslotzusatz, der zweite 10 Gew.-%, der dritte 15 Gew.-%. Die Partikelgröße der Metallflakes betrug bei diesen Preßkörpern 125-150  $\mu\text{m}$ .

[0030] Evident ist der Preßkörper mit der geringsten Glaslotmenge die höchste Permeabilität auf. Mit zunehmendem Glaslotgehalt nimmt infolge der abnehmenden Partikeldichte und der zunehmenden Isolierung die Permeabilität ab.

[0031] Dem gegenläufig ist das Verlustverhalten der Preßlinge mit zunehmendem Glaslotzusatz. Fig. 5 zeigt ein Diagramm, welches die Verluste gegen die Frequenz für fünf unterschiedliche Preßkörper mit Glaslotzusätzen von 5, 10, 20, 30 und 50 Gew.-% zeigt. Die Aussteuerung der Preßkörper betrug 0,05 T. Evident zeigt der Preßkörper mit dem geringsten Glaslotzusatz die höchsten Verluste, bedingt durch die mitunter nicht vollständige Isolierung der Metallpartikel infolge des geringen Glaslotgehaltes. Mit zunehmendem Glaslotgehalt nehmen die Ummagnetisierungsverluste ab, was auf die immer bessere Isolierung zurückzuführen ist.

[0032] Schließlich zeigt Fig. 6 ein Diagramm betreffend die Koerzitivfeldstärke im Verhältnis zum Glaslotzusatz. Die weißen Balken stellen die Koerzitivfeldstärkewerte für die unmittelbar nach dem Pressen erhaltenen Preßkörper dar, die schwarzen Balken die Werte nach einer Wärmebehandlung bei 520°C, Dauer 1 Stunde. Diese Wärmebehandlung dient dazu, die pulverförmigen Metallflakes in den nanokristallinen Zustand zu überführen, wodurch sich höhere Induktionswerte erreichen lassen. Evident liegen die Koerzitivfeldstärken der Kerne ohne Wärmebehandlung alle im Bereich über 80 A/m. Nach der Wärmebehandlung weisen die Preßkörper eine Koerzitivfeldstärke von ca. 40 A/m und darunter auf. Ein Einfluß der Glaslotmenge auf die erzielbare Koerzitivfeldstärke wird insoweit nicht deutlich.

[0033] Fig. 7 zeigt ein Diagramm, welches die unterschiedlichen Materialverluste bei der Herstellung von Preßkörpern ohne Glaslotzusatz und von Verbundpreßkörpern mit Glaslotzusatz zeigt. Verpreßt wurden Metallflakes mit einer Größe von 300-500  $\mu\text{m}$ . Evident liegt ein Materialverlust bei den Preßkörpern ohne Glaslotzusatz in einer Größenordnung von ca. 1,4 %. Dem gegenüber zeigen die mit dem Glaslotzusatz in Höhe von 10 Gew.-% hergestellten Verbundpreßkörper keinen Materialverlust. Dies ist auf das durch das viskose und anschließend aushärtende Glaslot zurückzuführen, welche die Metallpartikel fest aneinander bindet.

[0034] Schließlich zeigt Fig. 8 ein Diagramm betreffend die erzielbaren relativen Dichtewerte von Preßkörpern ohne und mit Glaslotzusatz. Wie dem Diagramm zu entnehmen ist, konnten bei Preßkörpern ohne Glaslotzusatz relative Dichtewerte von ca. 91 % erreicht werden, während bei gleichen Verarbeitungsparametern ein 10 Gew.-%iger Glaslotzusatz zu einer relativen Dichte von 96 % führt.

[0035] Wie beschrieben, können mit dem angegebenen Verfahren Verbundpreßkörper in Form von Compositpulverkernen mit deutlich verbesserten Eigenschaften hergestellt werden. Sie bestehen bevorzugt aus amorphem und/oder nanokristallinem, flakeförmigem Material, welches bevorzugt für weichmagnetische Anwendungen vorgesehene Kerne verwendet wird. Zur Einstellung magnetischer Eigenschaften sowie zum Abbau etwaiger vom Pressen herrührender Verspannungen kann sich an den eigentlichen Preßschritt ein Wärmebehandlungsschritt, wie bezüglich Fig. 6 beschrieben, anschließen, bei welchem verstärkt eine nanokristalline Phase gebildet wird.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines ferromagnetischen Verbundpreßkörpers aus einem pulverigen weichmagnetischen Material und aus einem Preßhilfsmittel, bei dem während des Pressens eine vorbestimmte Temperatur eingestellt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Preßhilfsmittel ein bei der gegebenen Preßtemperatur viskoses, bei Abkühlung erhärtendes Glaslot verwendet wird, das im Hinblick auf seine Erweichungstemperatur in Abhängigkeit der Preßtemperatur gewählt wird, und daß das pulverige weichmagnetische Material und das Glaslot vor dem Verpressen im wesentlichen homogen miteinander vermischt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Glaslot verwendet wird, dessen Erweichungstemperatur im Bereich zwischen 300°C und 600°C, insbesondere zwischen 400°C und 500°C liegt, und daß die Preßtemperatur im Bereich zwischen 300°C und 600°C, insbesondere zwischen 400°C und 500°C liegt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Glaslot mit einer Verarbeitungstemperatur zwischen 420°C und 460°C verwendet wird.
4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Glaslot im Hinblick auf seinen thermischen Ausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit des Ausdehnungskoeffizienten des weichmagnetischen Pulvers gewählt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **gekennzeichnet** durch die Verwendung eines Glaslotes mit einem thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen 6 und  $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise zwischen 8 und  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Glaslot in einer Menge von 1 bis 60 Gew.-%, insbesondere 5 bis 30 Gew.-% zugegeben wird.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Glaslot mit einer mittleren Korngröße zwischen 1 µm bis 15 µm, insbesondere zwischen 2 µm und 10 µm, vorzugsweise zwischen 3 µm und 5 µm verwendet wird.
8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein weichmagnetisches Pulver mit einer mittleren Korngröße von 50 µm bis 2000 µm, insbesondere von 100 µm bis 1000 µm, vorzugsweise von 300 µm bis 500 µm verwendet wird.
9. Verfahren nach Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein weichmagnetisches Pulver mit flakeförmigen Pulverpartikeln verwendet wird.
10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein amorphes und/oder nanokristallines weichmagnetisches Pulver verwendet wird.
11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß als weichmagnetisches Pulver ein durch eine Rascherstarrungstechnik gewonnenes metallisches Glas verwendet wird.
12. Verfahren nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein metallisches Glas auf Fe-Basis oder Co-Basis verwendet wird.
13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein metallisches Glas auf Fe-Basis mit einem Fe-Gehalt von mehr als 70 Atom-% verwendet wird.
14. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Preßdruck zwischen 200 MPa und 800 MPa, insbesondere zwischen 400 MPa und 500 MPa, angewandt wird.
15. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß zum Vermischen des weichmagnetischen Materials und des Glaslotes ein Taumelmischer verwendet wird.
16. Ferromagnetischer Verbundpreßkörper ausgebildet aus einem Pulver eines weichmagnetischen Materials und einem Preßhilfsmittel, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Preßhilfsmittel ein zumindest im wesentlichen homogen mit dem weichmagnetischen Material vermisches Glaslot ist.
17. Verbundpreßkörper nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß der thermische Ausdehnungskoeffizienten des Glaslotes im wesentlichen dem Ausdehnungskoeffizienten des weichmagnetischen Materials entspricht.
18. Verbundpreßkörper nach Anspruch 17, **gekennzeichnet** durch ein Glaslot mit einem Ausdehnungskoeffizienten zwischen 6 und  $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise zwischen 8 und  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .
19. Verbundpreßkörper nach einem der Ansprüche 16 bis 18, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Glaslot in einer Menge von 1 bis 60 Gew.-%, insbesondere 5 bis 30 Gew.-% vorliegt.
20. Verbundpreßkörper nach einem der Ansprüche 16 bis 19, **dadurch gekennzeichnet**, daß das verwendete Pulver eine mittlere Korngröße von 50 µm bis 2000 µm, insbesondere von 100 µm bis 1000 µm, vorzugsweise von 300 µm bis 500 µm aufweist.
21. Verbundpreßkörper nach einem der Ansprüche 16 bis 20, **dadurch gekennzeichnet**, daß das verwendete Pulver flakeförmige Partikel aufweist.
22. Verbundpreßkörper nach einem Ansprüche 16 bis 21, **dadurch gekennzeichnet**, daß das verwendete Pulver amorph und/oder nanokristallin ist.
23. Verbundpreßkörper nach einem der Ansprüche 16 bis 22, **dadurch gekennzeichnet**, daß das verwendete Pulver ein metallisches Glas ist.
24. Verbundpreßkörper nach Anspruch 23, **dadurch gekennzeichnet**, daß das verwendete Pulver ein

metallisches Glas auf Fe-Basis oder Co-Basis ist.

25. Verbundpreßkörper nach Anspruch 24, **dadurch gekennzeichnet**, daß das metallisches Glas auf Fe-Basis einen Fe-Gehalt von mehr als 70 Atom-% aufweist. 5
26. Verbundpreßkörper nach einem der Ansprüche 16 bis 25, **dadurch gekennzeichnet**, daß er nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15 hergestellt ist. 10
27. Verwendung des Verbundpreßkörpers nach einem der vorangehenden Ansprüche als Teil einer weichmagnetischen Einrichtung, insbesondere in Form eines Magnetkerns. 15

20

25

30

35

40

45

50

55



FIG. 1

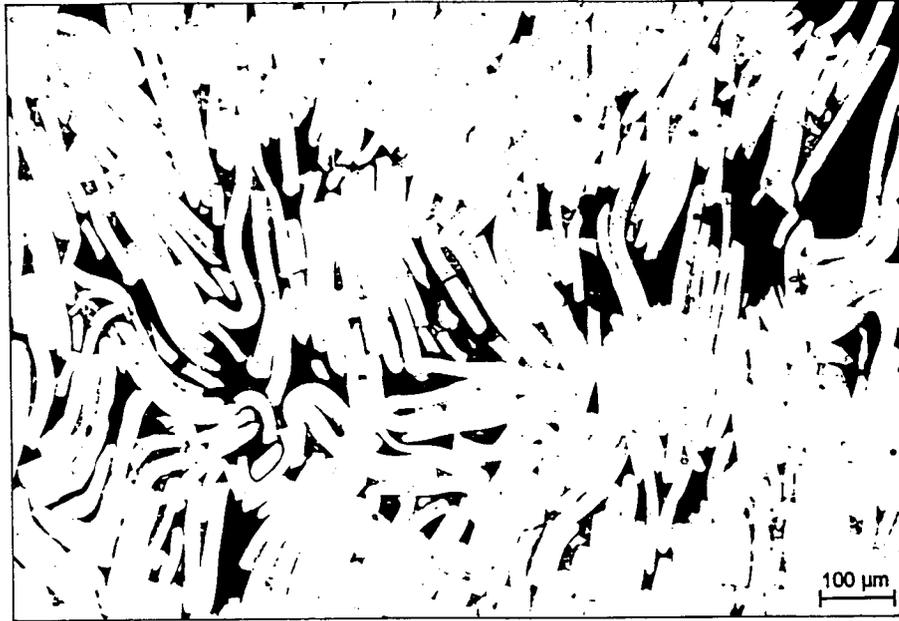


FIG. 2

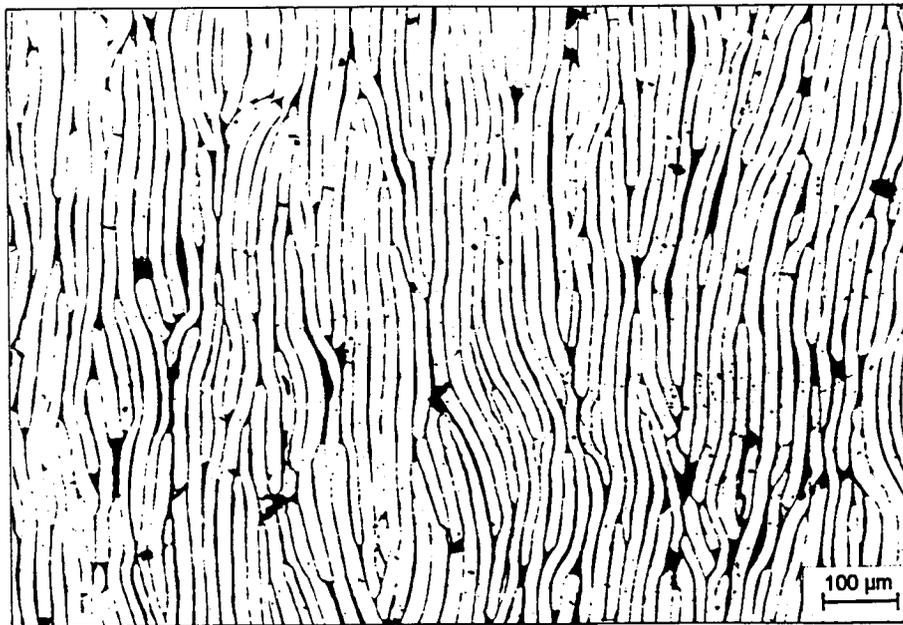


FIG. 3

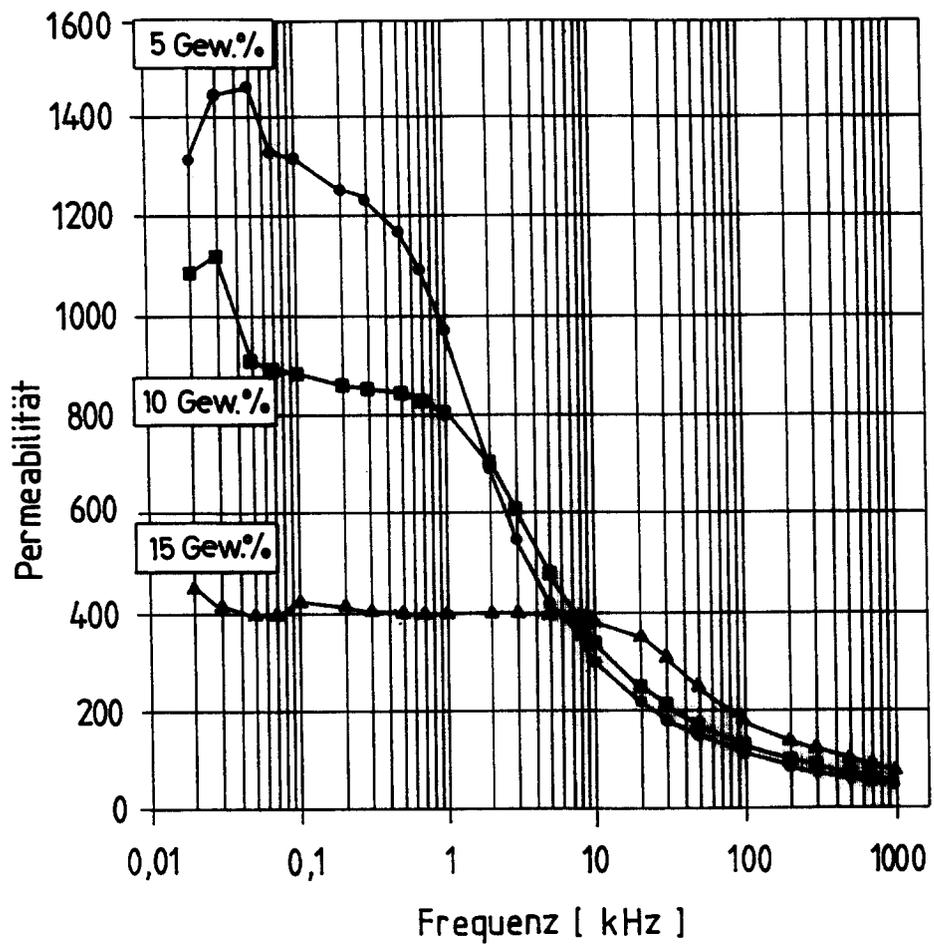


FIG. 4

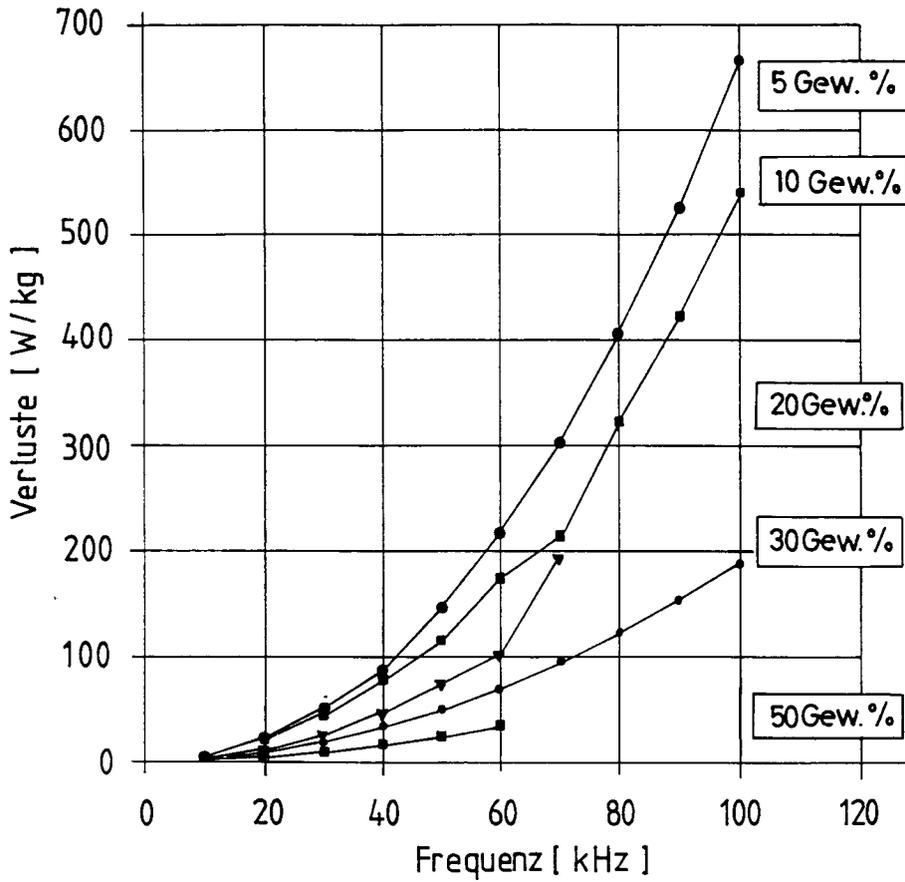


FIG. 5

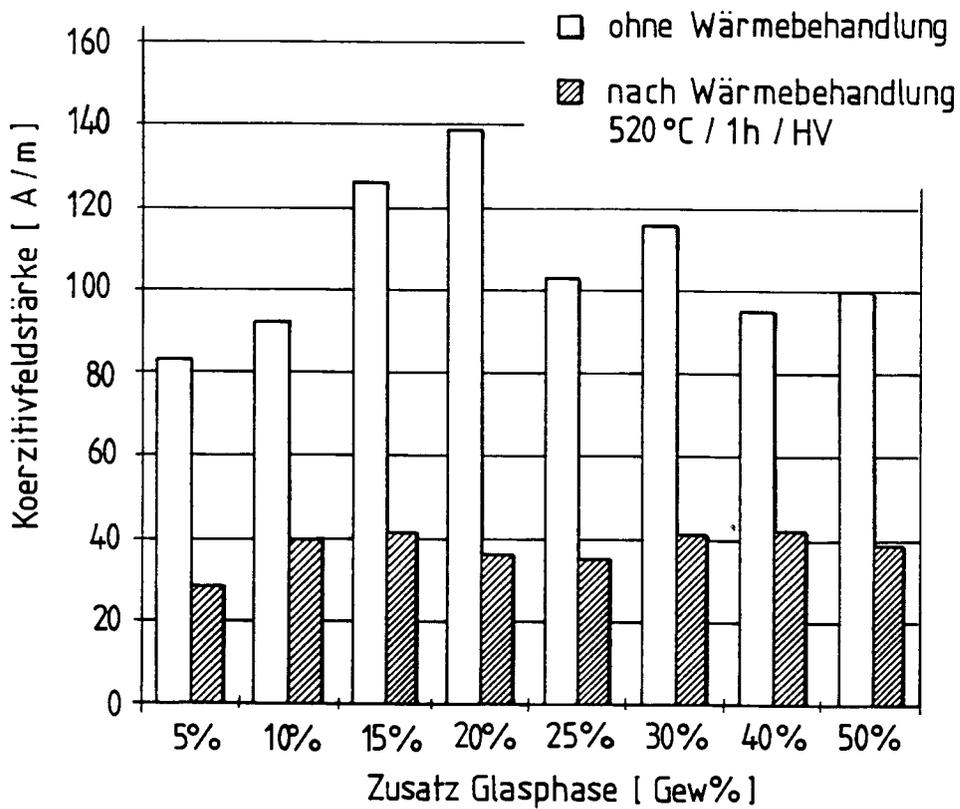


FIG. 6

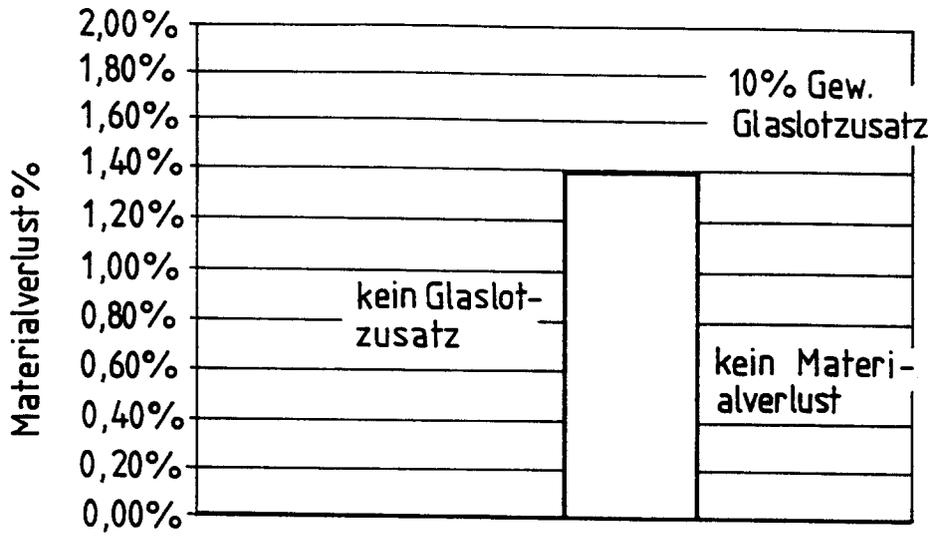


FIG. 7

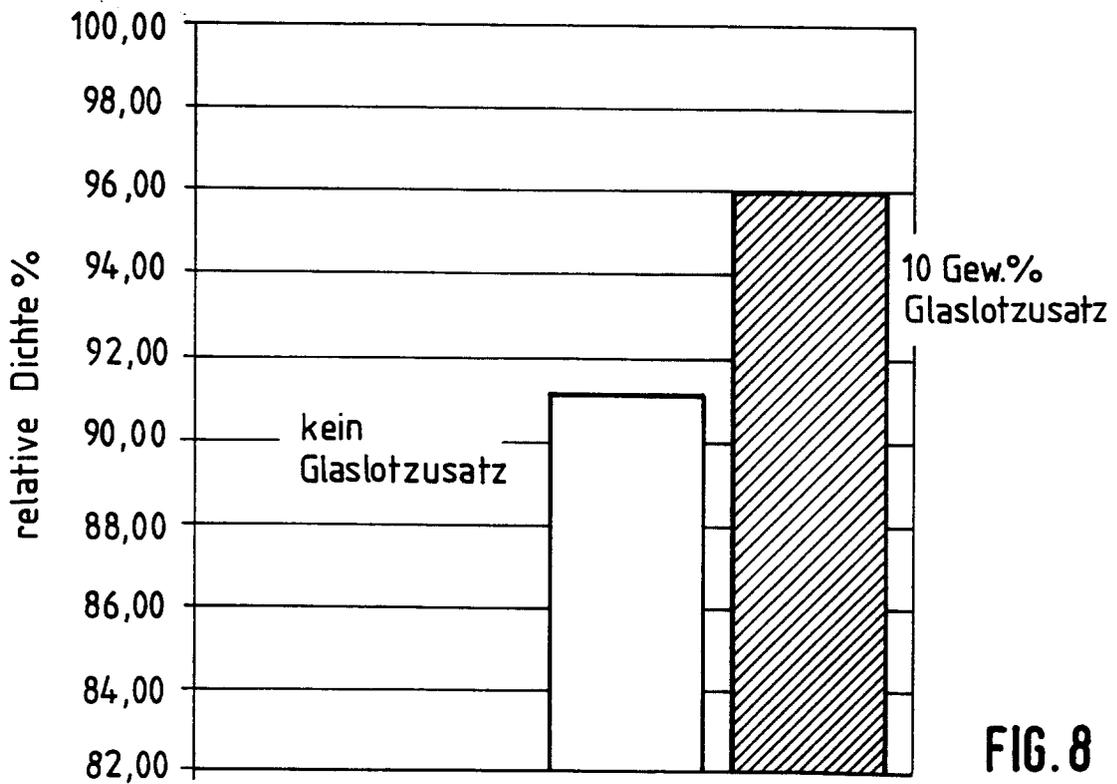


FIG. 8