



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 161 570 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
30.07.2003 Patentblatt 2003/31

(51) Int Cl.7: **C23C 4/06, C23C 4/12, H01F 1/057, H01F 41/14**

(21) Anmeldenummer: **00920387.8**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/DE00/00781

(22) Anmeldetag: **13.03.2000**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 00/055384 (21.09.2000 Gazette 2000/38)

(54) **VERFAHREN ZUR BESCHICHTUNG EINES TRÄGERKÖRPERS MIT EINEM HARTMAGNETISCHEN SE-FE-B-MATERIAL MITTELS PLASMASPRITZENS**

METHOD FOR COATING A SUPPORT BODY WITH A HARD MAGNETIC SE-FE-B MATERIAL USING PLASMA SPRAYING

PROCEDE POUR RECOUVRIR UN CORPS SUPPORT D'UN MATERIAU A BASE DE SE-FE-N MAGNETIQUE DUR, PAR PROJECTION AU PLASMA

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB

• **RODEWALD, Werner**
D-63584 Gründau (DE)

(30) Priorität: **16.03.1999 DE 19911609**
20.01.2000 DE 10002346

(74) Vertreter: **Schmuckermaier, Bernhard**
PAe Westphal, Mussgnug & Partner,
Mozartstrasse 8
80336 München (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
12.12.2001 Patentblatt 2001/50

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A- 19 531 861 **US-A- 4 297 388**
US-A- 4 897 283

(73) Patentinhaber: **SIEMENS**
AKTIENGESELLSCHAFT
80333 München (DE)

(72) Erfinder:
• **RIEGER, Gotthard**
D-91058 Erlangen (DE)
• **WECKER, Joachim**
D-91341 Röttenbach (DE)
• **DUDA, Thomas**
D-45768 Marl (DE)
• **UNTERBERG, Wolfram**
D-44287 Dortmund (DE)

• **WYSLOCKI J J: "Magnetic properties, microstructures and domain structures of arc-plasma sprayed Nd-Fe-B permanent magnet" JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, 15 JULY 1992, UK, Bd. 27, Nr. 14, Seiten 3777-3781, XP000916986 ISSN: 0022-2461 in der Anmeldung erwähnt**
• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 556 (C-1007), 26. November 1992 (1992-11-26) & JP 04 214849 A (TOYOTA AUTOM LOOM WORKS LTD), 5. August 1992 (1992-08-05)**

EP 1 161 570 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Verfahren zur Beschichtung eines Trägerkörpers mit einem hartmagnetischen SE-FE-B-Material mittels Plasmaspritzens

[0002] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Beschichtung eines Trägerkörpers mit einer Schicht aus hartmagnetischem Material des Stoffsystems SE-FE-B, wobei die SE-Komponente mindestens ein Seltenes Erdmetall und die FE-Komponente zumindest ein ferromagnetisches Element enthalten. Bei dem Verfahren umfasst der Beschichtungsvorgang einen Plasmaspritzprozeß, bei dem ein aufgeschmolzenes Pulver aus einem Vormaterial des auszubildenden hartmagnetischen Materials auf den Trägerkörper aufgespritzt wird. Während des Beschichtungsvorganges werden dabei für jeden zu beschichtenden Bereich des Trägerkörpers mehrere Beschichtungsphasen unter Aufheizung der jeweils zu beschichtenden Oberfläche der Schicht und jeweils eine dazwischenliegende, beschichtungsfreie Phase vorgesehen. Ein solches Verfahren und die dazu gehörige Vorrichtung gehen aus der DE 195 31 861 A1 hervor. Ähnliche Verfahren sind beispielsweise aus der US-A 4 297 388, US-A-4 897 283, und dem Journal of Material Science, 15 July 1992, 27(14), Seiten 3777-3781 bekannt.

[0003] Seit einigen Jahren sind Magnetwerkstoffe auf Basis von Stoffsystemen bekannt, die ein Seltenes Erdmetall (SE) und ein ferromagnetisches Übergangsmetall (FE) enthalten und sich durch eine hohe Koerzitivfeldstärke H_c und eine hohe Energiedichte $(B \cdot H)_{max}$ auszeichnen. Ein Hauptvertreter aus der Gruppe der entsprechenden ternären Stoffsysteme ist das Nd-Fe-B-System mit seiner hartmagnetischen $Nd_2Fe_{14}B$ -Phase, welche tetragonale Kristallstruktur besitzt.

[0004] Größere Körper aus diesem hartmagnetischen Material werden bislang auf pulvermetallurgischem Wege, durch eine Rascherstarrungstechnologie oder durch Heißpressen sowie Heißumformen hergestellt. Jedoch sind bei diesen Verfahren die minimal erreichbaren Abmessungen wie z.B. die Dicke eines Magnetes oder dessen Wandstärke auf einige Millimeter beschränkt. Körper mit geringeren Abmessungen für Anwendungen in miniaturisierten Systemen und Komponenten können dann nur durch sehr aufwendige Nachbearbeitungsprozesse ausgebildet werden.

[0005] Darüber hinaus wurde zur Herstellung dünner hartmagnetischer CoSm-Schichten die Verwendung eines Vakuumplasmaspritzprozesses gemäß der Veröffentlichung "Journal of Applied Physics", Vol. 49, No. 3, März 1978, Seiten 2052 bis 2054 vorgesehen. Ein entsprechendes Verfahren zur Abscheidung von Nd-Fe-B-Schichten geht aus der Veröffentlichung "Journal of Magnetism and Magnetic Materials", Vol. 104 - 107, 1992, Seiten 363 bis 364 hervor. Mit diesem Beschichtungsverfahren unter Anwendung eines Plasmaspritzprozesses können sowohl komplizierte Montage- als auch aufwendige Nachbearbeitungsschritte eingespart bzw. vereinfacht werden. Des Weiteren können mittels des genannten Verfahrens äußerst komplizierte Geometrien von Trägerkörpern mit verhältnismäßig geringen Schichtdicken beschichtet werden.

[0006] Mit einem weiteren, aus der Veröffentlichung "Journal of Materials Science", Vol. 27, 1992, Seiten 3777 bis 3781 zu entnehmenden Beschichtungsverfahren zur Herstellung eines 3 mm dicken Nd-Fe-B-Films mittels eines Plasmaspritz-(bzw. - spray)-Prozesses kann z.B. ein isotropes Nd-Fe-B-Magnetmaterial auf einem auf 600°C aufgeheizten Trägerkörper aus Kupfer (Cu) erhalten werden, wobei nach dem Abscheideprozeß eine Wärmebehandlung während 0,5 Stunden bei 750°C vorgesehen ist. Mit dieser Wärmebehandlung lassen sich die Koerzitivfeldstärke, die Remanenz und das Energieprodukt erheblich steigern. In der genannten Veröffentlichung wird außerdem eine Koerzitivfeldstärke H_c für anisotropes, auf einen bei 600°C gehaltenen Trägerkörper aus Cu aufgespritztes Material von 12 kA/cm genannt.

[0007] Darüber hinaus ist der eingangs genannten DE-A-Schrift ein Plasmaspitzprozeß umfassender Beschichtungsvorgang zu entnehmen, bei dem auf einen Grundkörper wie beispielsweise einen Rotorkörper einer elektrischen Maschine ein aufgeschmolzenes Pulver aus einem Vormaterial eines auszubildenden hartmagnetischen Werkstoffes aufgespritzt wird. Jeder zu beschichtende Bereich des Grundkörpers soll mehreren Beschichtungsphasen ausgesetzt werden, zwischen denen sich das jeweils aufgebrauchte Material und das darunterliegende Material abkühlen können. Die Abkühlungsrate ist dabei offensichtlich so hoch, dass nach dem Beschichtungsvorgang das Material amorph ist. Der Grundkörper muss deshalb auf hohe Temperaturen von beispielsweise 800 bis 900°C aufgeheizt werden, um so das Material zu rekristallisieren.

[0008] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, das bekannte Verfahren weiter zu verbessern, so dass Schichten mit hoher Koerzitivfeldstärke und mit verhältnismäßig großer Schichtdicke zu erhalten sind. Dabei sollen aufwendige Rekristallisierungsglühungen zu vermeiden sein.

[0009] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass der Trägerkörper wenigstens in einer seiner zu beschichtenden Oberfläche zugewandten Zone zumindest gegen Ende des Beschichtungsprozesses auf ein ein Rekristallisierung einer hartmagnetischen Phase des hartmagnetischen Materials gewährleistendes Temperaturniveau gehoben wird. Neben der hartmagnetischen Phase können gegebenenfalls noch weitere Phasen in dem hartmagnetischen Material vorhanden sein.

[0010] Den erfindungsgemäßen Maßnahmen liegt die Erkenntnis zugrunde, dass während des Beschichtungsprozesses mit schwankendem Temperaturniveau ein sehr gleichmäßiger Schichtaufbau mit einer geringen Porosität und guter Haftfähigkeit auf dem Trägerkörper zu erhalten ist, der gerade bei größeren Schichtdicken vergleichsweise

höhere hartmagnetische Eigenschaften zeigt, wenn der Schichtaufbau auf ein für eine Rekristallisierung hinreichend hohes Temperaturniveau durch entsprechendes Aufheizen des Trägerkörpers während des Beschichtungsvorganges gehoben wird. Dieses Temperaturniveau soll spätestens gegen oder am Ende des Beschichtungsvorganges erreicht sein, kann jedoch auch wesentlich eher erreicht werden. Gleichzeitig werden dabei Schichteigenspannungen verhältnismäßig gering gehalten. Hierbei wird berücksichtigt, dass sich mit einem kontinuierlichen Beschichtungsprozeß keine dickeren Schichten mit den geforderten gleichbleibend guten magnetischen Eigenschaften erhalten lassen, da dort Probleme bezüglich lokaler Überhitzungen am Trägerkörper bestehen. Durch die zwischengeschalteten beschichtungsfreien Phasen (Beschichtungspausen) werden nämlich größere Überhitzungen des gerade beschichteten Bereichs des Trägerkörpers vermieden, indem über diesen eine hinreichend gute Wärmeabfuhr bzw. -verteilung zu gewährleisten ist. Lokale Überhitzungseffekte durch den Plasmaspritzstrahl fallen somit nicht mehr zu stark ins Gewicht. Andererseits wird durch das Anheben der Trägerkörpertemperatur einer Amorphisierung des Materials entgegengewirkt, die unerwünschte thermische Nachbehandlungen bei hohen Trägerkörpertemperaturen erfordern würde. Es lässt sich so neben einer guten magnetischen Härtung der Schichten auch der für die Verfahrensdurchführung erforderliche Energieaufwand entsprechend begrenzen. Außerdem wird auch eine Ausbildung von Rissen in den Schichten oder ihr Abplatzen von dem Trägerkörper vermieden. Des weiteren ist die Möglichkeit geschaffen, durch die besondere Prozeßführung bzw. die entsprechende Kontrolle der Trägerkörpertemperatur gezielt auch anisotrope Schichten mit guten magnetischen Eigenschaften und größerer Dicke herzustellen.

[0011] Vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Beschichtungsverfahrens gehen aus den jeweils abhängigen Ansprüchen hervor.

[0012] Insbesondere bei einer Beschichtung von größeren Gesamtflächen eines Trägerkörpers werden von einem Plasmaspritzstrahl vorteilhaft nacheinander und wiederholt verschiedene Bereiche des Trägerkörpers erfaßt. Dabei wird bevorzugt der Plasmaspritzstrahl so geführt, dass während einer sich an eine Beschichtungsphase anschließenden beschichtungsfreien Phase bezüglich eines Bereichs eine Beschichtung eines anderen Bereichs des Trägerkörpers vorgenommen wird. Hierzu sieht man zweckmäßigerweise ein Bewegen des Plasmaspritzstrahls und/oder des Trägerkörpers vor.

[0013] Der erfindungsgemäße Beschichtungsvorgang kann auch in mehrere Beschichtungsabschnitte unterteilt werden, die von mindestens einem Abkühlungsabschnitt unterbrochen werden. Hierbei hat sich als besonders vorteilhaft erwiesen, wenn eine Temperaturführung an dem Trägerkörper derart vorgenommen wird, dass zumindest der erste Beschichtungsabschnitt von Raumtemperatur bis zu einer ersten Maximaltemperatur, der Abkühlungsabschnitt von der ersten Maximaltemperatur bis zu einer Zwischentemperatur und der zweite Beschichtungsabschnitt von dieser Zwischentemperatur bis zu einer zweiten Maximaltemperatur vorgesehen werden. Die erste und die zweite Maximaltemperatur können dabei auf demselben Temperaturniveau liegen. Die sich unmittelbar aneinander anschließenden Abschnitte führen zu einem Temperatenausgleich über die gesamte Fläche und deshalb auch zu einem besonders gleichmäßigen Schichtaufbau. Ein solcher Schichtaufbau ist insbesondere dann zu gewährleisten, wenn die erste Maximaltemperatur und/oder die zweite Maximaltemperatur aus einem Temperaturbereich zwischen 400°C und 900°C, insbesondere zwischen 500°C und 800°C gewählt werden/wird.

[0014] Außerdem wird vorteilhaft die mindestens eine Zwischentemperatur um wenigstens 20°C, vorzugsweise um mindestens 50°C tiefer liegend als die Maximaltemperatur der vorangehenden Beschichtungsphase gewählt.

[0015] Dabei nimmt vorteilhaft der erste Beschichtungsabschnitt einen Zeitraum zwischen 2 und 15 Minuten, vorzugsweise zwischen 3 und 10 Minuten ein.

[0016] Auch können vorteilhaft im Anschluß an den ersten Beschichtungsabschnitt mehrere Zyklen aus jeweils einem Abkühlungsabschnitt und einem Beschichtungsabschnitt vorgesehen werden. Auf diese Weise sind insbesondere Schichten mit verhältnismäßig großer Dicke von beispielsweise über 0,5 mm, vorzugsweise über 1 mm, zu erhalten.

[0017] Weiterhin ist als besonders vorteilhaft anzusehen, wenn ein während einer Beschichtungsphase zu beschichtender Bereich des Trägerkörpers von einem relativ dazu bewegten Plasmaspritzstrahl mehrfach in einer entsprechenden Anzahl von Überläufen überstrichen wird. Dabei wird vorzugsweise mit jedem Überlauf eine Teilschicht mit einer Dicke zwischen 1 und 20 µm, insbesondere zwischen 3 und 15 µm aufgebracht. In mindestens 50 solcher Überläufe kann dann die Schicht auf dem Trägerkörper mit der gewünschten Gesamtdicke abgeschlossen werden. Bei jedem Überlauf wird so nur ein Teilbereich des während eines Überlaufs erfaßten Bereichs des Trägerkörpers erfaßt. Dies führt zu einer weiteren Vergleichmäßigung der Temperatur am Trägerkörper bzw. zu einer entsprechenden Verringerung von lokalen Überhitzungen und außerdem zu einer Verbesserung der gerade im Hinblick auf verhältnismäßig dicke Schichten wichtigen guten Haftung des abgeschiedenen Materials bei gleichzeitig geringer Porosität.

[0018] Nach dem Beschichtungsvorgang kann gegebenenfalls der Trägerkörper noch einer Wärmebehandlung unterzogen werden, wobei die Wärmebehandlung insbesondere auf mindestens einem Temperaturniveau vorgenommen wird, das zwischen 550° und 800°C, vorzugsweise zwischen 600° und 750°C liegt. Mit einer derartigen Wärmebehandlung sind die magnetischen Eigenschaften des abgeschiedenen zumindest weitgehend kristallinen Materials der Schicht zu verbessern.

[0019] Eine zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeignete Beschichtungsvorrichtung kann ein an

sich bekanntes Plasmaspritzgerät, in dessen Plasmaflamme das Vormaterial einzuführen ist, Mittel zur Halterung des Trägerkörpers bezüglich eines auf ihn gerichteten, aus dem Spritzgerät austretenden Spritzstrahls sowie Mittel zur Temperatureinstellung an dem Trägerkörper umfassen. Mit solchen Maßnahmen sind die Vorteile der beanspruchten Verfahrensführung zu erreichen.

[0020] Vorteilhaft einfach ist der Trägerkörper mittels einer ihn aufnehmenden, auf ein vorbestimmtes Temperaturniveau zu legenden Halterung indirekt auf dem gewünschten Temperaturniveau zu halten. Das Temperaturniveau des Trägerkörpers lässt sich in einfacher Weise einstellen, wenn die Halterung kühlbar ist. Damit ist die heiße Umgebungstemperatur des Plasmaspritzprozesses am Trägerkörper in dem gewünschten Maße abzusenken.

[0021] Darüber hinaus können besonders vorteilhaft Mittel zur relativen Bewegung des Trägerkörpers bezüglich des Plasmaspritzgerätes vorgesehen sein. So kann beispielsweise das Plasmaspritzgerät schwenkbar ausgebildet sein. Auf diese Weise lassen sich auch komplizierte Geometrien von Trägerkörpern und große Flächen mühelos beschichten.

[0022] Das Verfahren ist besonders geeignet zur Ausbildung von Schichten, welche zumindest die Komponenten Nd, Fe und B des SE-FE-B-Materials, insbesondere zumindest größtenteils die hartmagnetische Nd₂Fe₁₄B-Phase, enthalten. Entsprechende Schichten werden vorteilhaft auf einem Trägerkörper aus Cu oder einem Cu-haltigen Material, insbesondere aus einer Cu-Legierung, oder aus einem legierten oder unlegierten Stahl abgeschieden.

[0023] Die Erfindung wird nachfolgend unter Bezugnahme auf die Zeichnung anhand von Ausführungsbeispielen noch weiter erläutert. Dabei zeigen jeweils schematisch

deren Figur 1 einen Querschnitt durch die wesentlichen Teile einer geeigneten Beschichtungsvorrichtung, deren Figur 2 in einem Diagramm dem Temperaturverlauf während eines Plasmaspritzprozesses am Anfang des erfindungsgemäßen Beschichtungsverfahrens, deren Figur 3 in einem Diagramm die Hysteresiskurve einer erfindungsgemäß hergestellten Schicht, deren Figur 4 in einem Diagramm den weiteren Temperaturverlauf bei dem Verfahren nach der Erfindung und deren Figuren 5 bis 7 die sukzessive Ausbreitung der kristallinen Zone einer Schicht während eines erfindungsgemäßen Beschichtungsverfahrens.

[0024] Mit der in Figur 1 angedeuteten, allgemein mit 2 bezeichneten Vorrichtung ist ein Substrat oder Trägerkörper 3 mit einer Schicht 4 aus einem besonderen hartmagnetischen Material in einem auf einen Restdruck p evakuierbaren Volumen V einer nicht dargestellten, an sich bekannten Beschichtungskammer zu beschichten. Die Vorrichtung 2 weist ein an sich bekanntes Spritzgerät 5 zum Plasmaspritzen auf. Dieses Gerät umfaßt ein Gehäuse 6, in dem eine Kathode 7 und eine als Anode dienende Düse 8 vorhanden sind. Es sind ferner Zuführungen für einen Pulvereintritt 9, für ein Plasmagas 10 sowie Kanäle 11 für ein Kühlmittel, beispielsweise Wasser, vorhanden.

[0025] Der Trägerkörper 3 ist an einer Halterung 12 befestigt, die vorzugsweise kühlbar ist. Sie weist deshalb z.B. Kühlkanäle 13 zur Führung eines (weiteren) Kühlmittels wie z.B. Wasser auf. Vorteilhaft befindet sich die Halterung auch in einer großflächigen thermischen Verbindung mit dem Trägerkörper, so dass dessen Temperaturniveau mittels der Halterung beeinflussbar ist. Der Trägerkörper besteht aus einem den Temperaturverhältnissen des Plasmaspritzprozesses angepaßten, metallischen oder keramischen Material. Metallische Trägermaterialien, vorzugsweise Cu oder ein Cu-haltiges Material wie z.B. eine Cu-Legierung oder legierte oder unlegierte Stähle wie z.B. ein CrNi-Stahl sind insbesondere aus Wärmeleitungsgründen besonders geeignet.

[0026] Über einen elektrischen Generator 14 wird zwischen die Kathode 7 und die als Anode gestaltete Düse 8 eine Hochspannung angelegt, so dass ein Lichtbogen gezündet wird. Durch die Zuführung des Plasmagases 10 entsteht eine Plasmaflamme 15 an der Öffnung der Düse 8, durch die ein konischer Spritzstrahl 16 des über den Pulvereintritt 9 seitlich zugeführten Pulvers gebildet wird. Es lässt sich somit auf dem Substrat 3 eine großflächige Spritzschicht 4 bilden.

[0027] Bei dem Pulver soll es sich um ein Vormaterial bzw. Ausgangsmaterial des auszubildenden hartmagnetischen Materials vom Grundtyp SE-FE-B (mit SE = Seltenes Erdmaterial, FE = ferromagnetisches Element) handeln. Dieses Pulver kann ein Pulvergemisch aus den einzelnen Komponenten des auszubildenden Materials oder ein die gewünschten magnetischen Eigenschaften noch nicht besitzendes Legierungspulver sein. Da der genannte Grundtyp SE-FE-B nur die Basis für das auszubildende Material zu bilden braucht, bedeutet das, dass die genannten drei Komponenten auch teilweise, d.h. zu weniger als 50 Atom-% durch entsprechende andere Komponenten in an sich bekannter Weise ersetzt werden können. So ist es insbesondere für Nd-Fe-B als den Hauptvertreter des Stoffsystems SE-FE-B möglich, die Nd-Komponente partiell durch mindestens ein anderes Element aus der Gruppe der Seltenen Erdmetalle, deren Ordnungszahl im Periodensystem der Elemente zwischen 57 bis 66 (jeweils einschließlich) liegt, zu ersetzen. Für einen Teil des ferromagnetischen Metalls Fe als FE-Komponente kann auch Co und/oder Ni gewählt werden. Die B-Komponente lässt sich vorteilhaft zu einem geringen Anteil (zu höchstens 3 Atom-% innerhalb der Gesamtzusammensetzung der Ausgangspulvermischung) in bekannter Weise auch durch andere Elemente wie z.B. durch Si erset-

zen. Diese Substituenten können jedoch auch zu einem entsprechenden Ersatz der Fe-Komponente dienen. Vorteilhaft hat die auszubildende Legierung der herzustellenden Schicht die folgende Zusammensetzung: $SE_xFE_yB_z$,

wobei für die einzelnen Anteile gelten soll: $6 \leq x \leq 11$,

$83 \leq y < 87$ und $4 \leq z < 6$ (jeweils in Atom-%; mit

$x + y + z \approx 100$ unter Einschluß unvermeidbarer Verunreinigungen). Diese Anteilsgrenzen gelten insbesondere für den Fall FE = Fe. Bei Substitutionen des Fe partiell durch Ni oder Co können sich auch davon abweichende Grenzen ergeben.

[0028] Außerdem ist es möglich, einen Anteil von höchstens 5 Atom-% der FE-Komponente (innerhalb der Zusammensetzung der Ausgangspulvermischung) durch mindestens ein zusätzliches metallisches Element ZM aus der Gruppe der Übergangsmetalle, durch Al, Si oder Ga oder Ge partiell zu ersetzen, so dass dann die Legierung der auszubildenden Schicht die Zusammensetzung $SE_x(FE,ZM)_yB_z$ hat. Als ZM-Elemente kommen insbesondere auch V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Mn, Cr, Mo und W in Frage. Die Wertebereiche für die Anteile x, y und z bleiben dabei gleich.

[0029] Als Ausführungsbeispiel sei nachfolgend eine Abscheidung und Ausbildung einer Schicht aus einem Material des Stoffsystems Nd-Fe-B angenommen, das die hartmagnetische $Nd_2Fe_{14}B$ -Phase zumindest größtenteils (d.h. zu mehr als 50-Vol.%) enthält.

[0030] Die erfindungsgemäße Beschichtung eines Trägerkörpers 3 mittels eines Plasmaspritzprozesses in einem evakuierbaren Volumen V bietet gegenüber anderen Beschichtungsverfahren erhebliche Vorteile. Zum einen ist eine sehr gute Verarbeitbarkeit von speziell hergestellten Pulvern aus dem Vormaterial des auszubildenden hartmagnetischen Materials des Stoffsystems SE-FE-B. Dies hat einen sehr gleichmäßigen Schichtaufbau mit einer geringen Porosität insbesondere aufgrund der hohen kinetischen Energie der einzelnen Spritzpartikel im Spritzstrahl 16 zur Folge. Die geringe Porosität trägt auch dazu bei, dass sich gute hartmagnetische Eigenschaften innerhalb der Schicht 4 einstellen können. Zum anderen lassen sich gewünschte Schichtdicken von insbesondere über 0,5 mm, vorzugsweise von mindestens 1 mm, beispielsweise zwischen 0,2 und 2 mm durch Variation der Spritzzeit gezielt ausbilden. Desweiteren werden durch den Prozeß Verunreinigungen wie beispielsweise von Stickstoff und Sauerstoff auf ein Minimum reduziert. Auf diese Weise sind sowohl hohe Remanenzwerte als auch hohe Koerzitivfeldstärken des Schichtendproduktes zu gewährleisten. Durch die hohen Partikelgeschwindigkeiten, die bei einem Vakuumplasmaspritzen erzielt werden können und im allgemeinen zwischen 400 bis 600 m/s liegen, ergibt sich zudem eine hohe Haftzugfestigkeit zwischen dem Werkstoff des Trägerkörpers 3 und dem Material der Schicht 4.

[0031] Desweiteren können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren und der zugehörigen Vorrichtung unterschiedliche Trägerkörpergeometrien beschichtet werden. Dadurch entfallen aufwendige, kostenintensive Nachbearbeitungsschritte. Eine bevorzugte Ausführungsform der Beschichtungsvorrichtung 2 sieht hierzu vor, dass der Trägerkörper 3 relativ zu dem Plasmaspritzgerät 5 zu bewegen ist. Beispielsweise ist das Plasmaspritzgerät sowohl in horizontaler als auch in vertikaler Richtung schwenkbar ausgeführt. Somit lassen sich Trägerkörper mit komplizierten Geometrien und/oder großer Fläche mühelos mit Schichten aus dem hartmagnetischen Material versehen. Außerdem ist damit zu erreichen, dass ein während einer Beschichtungsphase zu beschichtender Bereich des Trägerkörpers von dem so relativ dazu bewegten Plasmaspritzstrahl ein oder vorzugsweise mehrfach (in sogenannten Überläufen) überstrichen wird. Mit jedem dieser Überläufe wird lamellenartig eine Teilschicht mit einer Dicke aufgebracht, die im allgemeinen jeweils zwischen 3 und 20 μm , vorzugsweise zwischen 5 und 15 μm liegt.

[0032] Erfindungsgemäß soll während des Plasmaspritzprozesses ein bestimmter Temperaturverlauf an dem Trägerkörper 3 eingehalten werden, wobei die Prozeßführung vorteilhaft so gewählt wird, dass der Trägerkörper 3 in horizontaler Richtung bei gleichzeitiger Schwenkung des Plasmaspritzgerätes 5 geführt wird und damit eine großflächige Beschichtung ermöglicht wird. Hierbei wird der Trägerkörper durch die in der Beschichtungskammer herrschende Umgebungstemperatur des Plasmaspritzprozesses und insbesondere durch den auftreffenden Plasmaspritzstrahl 16 aufgeheizt. Die konkrete Temperatur am Trägerkörper lässt sich dabei indirekt durch die Kühlung der mit dem Trägerkörper thermisch verbundenen Halterung 12 einstellen. Während des Prozesses werden mehrere Beschichtungsphasen unter Aufheizung des Trägerkörpers 3 und jeweils eine zwischenliegende Phase ohne Beschichtung des Trägerkörpers, sogenannte Beschichtungspausen, vorgesehen. Während eines ersten Beschichtungsabschnittes mit mehreren solcher Beschichtungsphasen und zwischengeschalteten beschichtungsfreien Phasen bzw. Beschichtungspausen erwärmt sich der Trägerkörper 3 trotz einer eventuell anfänglichen Kühlung zumindest in einer oberflächennahen Zone von Raumtemperatur bis zu einer ersten Maximaltemperatur, wobei diese Maximaltemperatur vorteilhaft zwischen 400°C und 900°C, insbesondere zwischen 500°C und 800°C liegt. Beispielsweise wird eine Maximaltemperatur von etwa 760°C vorgesehen. Unter einer oberflächennahen Zone des Trägerkörpers wird dabei ein an die zu beschichtende Oberfläche (3a, vgl. Fig. 6) angrenzender Teilbereich des Trägerkörpers mit einer vorbestimmten, in den Trägerkörper hineinragenden Mindesttiefe verstanden. Diese Mindesttiefe liegt im allgemeinen im Millimeterbereich, beispielsweise bei 1 mm. Der erste Beschichtungsabschnitt dauert im allgemeinen zwischen 2 und 15 Minuten, beispielsweise zwischen 3 und 10 Minuten. Nachdem der Trägerkörper während einiger Minuten auf diese maximale Temperatur aufgeheizt wurde, wobei der Plasmaspritzstrahl 16 den zu beschichtenden Bereich des Trägerkörpers durch entsprechendes Schwenken des Plasmaspritzgerätes 5 überstreicht, kann sich ein besonderer Abkühlungsabschnitt ohne

Beschichtung anschließen. Während dieser beschichtungsfreien Pause, während der der Plasmaspritzstrahl vorteilhaft einen anderen Bereich des Trägerkörpers erfassen kann, kühlt sich der Trägerkörper wegen der Kühlung seiner Halterung 12 und wegen der fehlenden Beaufschlagung mit dem Plasmaspritzstrahl 16 in Abhängigkeit von der Pausendauer auf eine um mindestens 20°C, vorzugsweise mindestens 50°C tiefer als die genannte Maximaltemperatur liegende Zwischentemperatur ab. Beispielsweise kann die Zwischentemperatur in einem Temperaturbereich zwischen 100°C und 500°C wie etwa bei 170°C liegen. An diesen Abkühlungsabschnitt kann sich dann ein mehrere Minuten langer nächste Beschichtungsabschnitt anschließen, während dessen der Trägerkörper 3 bis zu einer zweiten Maximaltemperatur, die beispielsweise der ersten Maximaltemperatur entspricht, wieder aufgeheizt wird. Vorteilhaft schließt sich diesem Zyklus aus Abkühlungsabschnitt und Beschichtungs-/Aufheizabschnitt noch mindestens ein weiterer entsprechender Zyklus an. Am Ende des gesamten Beschichtungsvorganges, der innerhalb des ersten Beschichtungsabschnittes und des mindestens einen Zyklus im allgemeinen wenigstens 50 Überläufe des Plasmaspritzstrahls umfaßt, liegt dann ein lamellenartiger, zumindest weitgehend kristalliner Aufbau der Schicht 4 vor, deren magnetische Eigenschaften jedoch noch nicht optimal sein können.

[0033] Der so beschichtete Trägerkörper 3 kann deshalb anschließend in an sich bekannter Weise einer Wärmebehandlung beziehungsweise Temperung auf mindestens einem vorbestimmten Temperaturniveau unterzogen werden, um die gewünschten magnetischen Eigenschaften zu optimieren. Die mindestens eine Tempertemperatur liegt dabei im allgemeinen zwischen 550° und 800°C, vorzugsweise zwischen 600° und 750°C. Dabei wird für die Wärmebehandlungsdauer normalerweise ein Zeitraum von mindestens einer halben Stunde vorgesehen.

[0034] Durch eine gezielte Einstellung der Temperatur am Trägerkörper 3 lässt sich erreichen, dass sich während der Kristallisation des Materials senkrecht zur Schichtebene eine magnetische Vorzugsrichtung wegen der kristallinen c-Achsenorientierung ausbildet. Darüber hinaus kann der Trägerkörper gegebenenfalls nach dem Beschichtungsvorgang noch einer Magnetisierungsbehandlung unterzogen werden, um so in das hartmagnetische Material eine Vorzugsrichtung der Magnetisierung einzuprägen.

[0035] Aus der nachfolgenden Tabelle ist der Einfluß von nachträglichen Wärmebehandlungen mehrerer Proben bei verschiedenen Temperaturen auf die Koerzitivfeldstärke H_c zu entnehmen. Die Proben besaßen dabei jeweils erfindungsgemäß abgeschiedene Schichten aus Nd-Fe-B mit einer der hartmagnetischen Phase entsprechenden Stöchiometrie. Die Trägerkörper bestanden aus Cu oder aus einem Chrom-Nickel(CrMi)-Stahl. Außerdem wurde die Dicke der abgeschiedenen Schichten variiert. Die vorgenommenen Wärmebehandlungen erfolgten dabei jeweils eine Stunde im Hochvakuum. Die Zwischentemperatur am Ende des einzigen Abkühlungsabschnittes zwischen zwei Aufheizabschnitten lag bei etwa 170°C.

[0036] Folgende Bezeichnungen wurden für die Tabelle gewählt:

T_m = Maximaltemperatur(en) während des Plasmaspritzprozesses,
 H_c = Koerzitivfeldstärke,
 T_t = Tempertemperatur der nachträglichen Wärmebehandlung,
a.q. = Plasmaspritzprozeß ohne nachträgliche Wärmebehandlung,
D = Dicke der abgeschiedenen Schicht.

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

Tabelle

| Träger Körnung | $\sigma_{0,2}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,01}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,001}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,0001}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,00001}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,000001}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,0000001}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,00000001}$ [N/mm ²] | $\sigma_{0,000000001}$ [N/mm ²] |
|-------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------|--|---|--|---|--|---|
| Cu | 0,18 | 670 | 0,1 | 9,0 | 11,0 | 12,4 | 10,7 | | |
| Cu | 0,5 | 760 | 5,1 | 14,5 | 14,6 | 15,8 | 13,8 | | |
| CrNi | 0,5 | 590 | 0,2 | | 10,2 | 13,8 | 13,8 | 11,8 | |
| CrNi | 0,9 - 0,95 | 570 | 3,4 | | | 2,9 | 10,2 | 12,1 | |
| CrNi | 1,2 - 1,3 | 560 | 0,2 | | 10,1 | 10,1 | 12,0 | | |
| CrNi | 0,7 - 0,9 | 580 | 0,2 | | 12,6 | 11,5 | | | |
| CrNi | 1,1 | 490 | 0,3 | | 11,7 | 12,6 | 13,5 | | |

[0037] Wie aus der vorstehenden Tabelle zu entnehmen ist, sind Schichtdicken D von mindestens 0,5 mm besonders vorteilhaft. Außerdem ist festzustellen, dass die zweite Cu-Probe, für deren Maximaltemperaturen 760°C gewählt wurde, die höchsten Koerzitivfeldstärkewerte H_c aufweist, wenn sie bei etwa 700°C getempert wird.

[0038] Aus dem Diagramm der Figur 2 geht der konkrete Aufheiz- und Abkühlzyklus dieser zweiten Cu-Probe während des Beschichtungsprozesses hervor. Dabei sind in Abszissenrichtung die Zeit t (in min) und in Ordinatenrichtung die Temperatur T am Trägerkörper (in $^{\circ}\text{C}$) aufgetragen. Wie dem Diagramm zu entnehmen ist, schloß sich einem ersten Beschichtungsabschnitt I unmittelbar ein Abkühlungsabschnitt II auf eine Zwischentemperatur von 170° an. Diesem Abkühlungsabschnitt folgte unmittelbar ein neuer Beschichtungsabschnitt III. Der Beschichtungsprozeß war nach 9 Minuten bei einer Schichtdicke von 0,5 mm beendet. Während des ersten Beschichtungsabschnittes I war der Plasmaspritzstrahl 36 mal über den zu beschichtenden Bereich des Trägerkörpers hinweggestrichen (= 36 Überläufe), während des zweiten Beschichtungsabschnittes II 50 mal. Die verstärkten Punkte auf der dargestellten Kurve geben Temperaturmeßpunkte wieder.

[0039] Figur 3 zeigt in einem Diagramm die Hysteresiskurve des entsprechend hergestellten Materials (der Probe Nr. 9) nach der optimierten Wärmebehandlung im Anschluß an den Plasmaspritzprozeß. In dem Diagramm sind in Abszissenrichtung die Magnetfeldstärke H (in kOe) und in Ordinatenrichtung die magnetische Polarisation J (in T) aufgetragen. Aus dem Diagramm ist ein Wert der Koerzitivfeldstärke H_c von $15,8 \text{ kA/cm}$ (= $19,9 \text{ kOe}$) ablesbar.

[0040] Gemäß den den Figuren 2 und 3 zugrundegelegten Ausführungsbeispielen wurde davon ausgegangen, dass die einzelnen Beschichtungs- und Abkühlungsabschnitte etwa gleichlange Zeitintervalle in der Größenordnung zwischen 1,5 und 5 Minuten einnehmen. Das erfindungsgemäße Verfahren ist jedoch nicht auf eine derartige Verfahrensführung beschränkt. Man kann z.B. auch einen sehr allmählichen Temperaturanstieg während des ersten Beschichtungsabschnittes über einen vergleichsweise längeren Zeitraum von beispielsweise zwischen 5 und 12 Minuten vorsehen, dem sich dann im allgemeinen mehrere Zyklen aus Abkühl- und Beschichtungsabschnitten von wesentlich kürzerer Dauer anschließen. Die einzelnen Phasen eines solchen Zyklus können dabei zwischen 0,3 Minuten und 3 Minuten dauern. Ein entsprechendes Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens geht aus dem als Figur 4 wiedergegebenen Diagramm in einer Figur 2 entsprechenden Darstellung hervor. Das Diagramm zeigt den Verlauf der Trägerkörpertemperatur T in Abhängigkeit von der Zeit t nach einer Optimierung der Trägerkörperführung. Auch hier schloß sich nach dem erstmaligen Erreichen der ersten Maximaltemperatur von etwa 500°C nach etwa 10 Minuten wiederum eine mehrfach wiederholte Folge (Zyklus) eines Abkühlungsabschnittes und eines Beschichtungsabschnittes an, wobei die Temperaturabsenkung während des Abkühlungsabschnittes bei etwa 20°C lag. Jeder der hier 5 Zyklen dauerte insgesamt etwa 1 Minute. Die etwa 1 mm dicke Schicht auf einem CrNi-Stahl-Trägerkörper zeigte nach einer Temperung im Hochvakuum bei 720°C während 1 Stunde eine maximale Koerzitivfeldstärke H_c von $13,5 \text{ kA/cm}$.

[0041] Wie vorstehend dargelegt, erfolgt bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Abscheidung des hartmagnetischen Materials aus dem Stoffsystem SE-FE-B mittels eines besonderen Plasmaspritzprozesses in mehreren Beschichtungsphasen. Ein entsprechender Aufbau einer Schicht aus diesem Material auf einem insbesondere gekühlten Trägerkörper 3 ist in den Schnittansichten der Figuren 5 bis 7 angedeutet. Eine gewünschte Dicke d der Schicht 4 von über 0,5 mm, vorzugsweise von mindestens 1 mm, beispielsweise von mehreren Millimetern (vgl. Figur 7) wird durch eine hohe Anzahl von nachfolgend als Überläufe oder Scans des Plasmastrahls bezeichneten Beschichtungsphasen erreicht. Dabei wird zweckmäßig pro Überlauf in Abhängigkeit von den gewählten Prozessparametern wie z.B. der Fördergeschwindigkeit des Pulvers ein Schichtzuwachs Δd (vgl. Figur 5) im Mikrometer-Bereich, insbesondere zwischen 1 und $20 \mu\text{m}$, vorzugsweise zwischen 3 und $15 \mu\text{m}$, beispielsweise von etwa $5 \mu\text{m}$ eingestellt. Durch die hohe Abkühlungsgeschwindigkeit beim Auftreffen der geschmolzenen Partikel scheiden sich zunächst Unterschichten bzw. Teilschichten während der Aufheizphase (vgl. Figur 4) überwiegend amorph ab. In Figur 5 sind drei solcher amorpher, jeweils mit einem Überlauf erzeugter Teilschichten mit I_a bezeichnet. Durch die anhand von Figur 4 verdeutlichte weitere Temperaturführung des Trägerkörpers 3 zumindest in seiner oberflächennahen Zone bis zu einer konstanten Temperatur von beispielsweise etwa 500°C bei oder wenig oberhalb (maximal 100°C) der Rekristallisationstemperatur der hartmagnetischen Phase des Stoffsystems, die zwischen etwa 500 und 550°C liegt, wird dann die gesamte Schicht sukzessive auskristallisiert. Dieser Auskristallisationsvorgang ist anhand der Figuren 5 bis 7 ersichtlich. Die zunächst amorphen Teilschichten I_a (vgl. Figur 5) werden von der Oberfläche 3a des Substrats bzw. Trägerkörpers 3 aus wegen der mit fortschreitendem Beschichtungsvorgang einhergehenden Erwärmung des Trägerkörpers auskristallisiert. Diese auskristallisierten Teilschichten sind mit I_k bezeichnet und bilden eine der Oberfläche 3a zugewandte Schichtzone z (vgl. Figur 6). Diese auskristallisierte Zone z wächst also mit fortschreitendem Beschichtungsvorgang von der Oberfläche 3a ausgehend an und erstreckt sich am Ende des Beschichtungsvorganges praktisch durch die gesamte Schicht 4 der Dicke d (vgl. Figur 7). Durch diese in die Prozessführung integrierte Wärmebehandlung kann vorteilhaft die sonst erforderliche nachträgliche Wärmebehandlung zur Rekristallisierung zumindest großenteils entfallen.

Patentansprüche

- 5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
1. Verfahren zur Beschichtung eines Trägerkörpers mit einer Schicht aus hartmagnetischem Material des Stoffsystems SE-FE-B, wobei die SE-Komponente zumindest ein Seltenes Erdmetall und die FE-Komponente zumindest ein ferromagnetisches Element enthalten, bei welchem Verfahren der Beschichtungsvorgang einen Plasmaspritzprozeß umfasst, bei dem ein aufgeschmolzenes Pulver aus einem Vormaterial des auszubildenden hartmagnetischen Materials auf den Trägerkörper aufgespritzt wird, wobei während des Beschichtungsvorganges für jeden zu beschichtenden Bereich des Trägerkörpers (3) mehrere Beschichtungsphasen unter Aufheizung der jeweils zu beschichtenden Oberfläche und jeweils eine dazwischenliegende beschichtungsfreie Phase vorgesehen werden, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Trägerkörper (3) wenigstens in einer seiner zu beschichtenden Oberfläche (3a) zugewandten Zone zumindest gegen Ende des Beschichtungsvorganges auf ein eine Rekristallisierung einer hartmagnetischen Phase des hartmagnetischen Materials gewährleistendes Temperaturniveau gehoben wird.
 2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Trägerkörper (3) zumindest in seiner oberflächennahen Zone auf ein Temperaturniveau angehoben wird, das höchstens 100°C über der Rekristallisationstemperatur der hartmagnetischen Phase liegt.
 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** von einem Plasmaspritzstrahl (16) nacheinander und wiederholt verschiedene Bereiche des Trägerkörpers (3) erfaßt werden.
 4. Verfahren nach Anspruch 3, **gekennzeichnet durch** ein Bewegen des Plasmaspritzstrahls (16) und/oder des Trägerkörpers (3).
 5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein zu beschichtender Bereich des Trägerkörpers (3) von einem relativ dazu bewegten Plasmaspritzstrahl (16) mehrfach in einer entsprechenden Anzahl von Überläufen als den Beschichtungsphasen überstrichen wird.
 6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** mit jedem Überlauf eine Teilschicht mit einer Dicke (Δd) zwischen 1 und 20 μm , vorzugsweise zwischen 3 und 15 μm aufgebracht wird.
 7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Schicht (4) auf den Trägerkörper (3) mit einer Gesamtdicke (d) in mindestens 50 Überläufen lamellenartig aufgebracht wird.
 8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Beschichtungsvorgang in mehrere Beschichtungsabschnitte (I; III) unterteilt wird, die von mindestens einem Abkühlungsabschnitt (II) unterbrochen werden.
 9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** zumindest der erste Beschichtungsabschnitt (I) von Raumtemperatur bis zu einer ersten Maximaltemperatur, der Abkühlungsabschnitt (II) von der ersten Maximaltemperatur bis zu einer Zwischentemperatur und der zweite Beschichtungsabschnitt (III) von der Zwischentemperatur bis zu einer zweiten Maximaltemperatur vorgesehen werden.
 10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die erste Maximaltemperatur und/oder die zweite Maximaltemperatur in einem Temperaturbereich zwischen 400°C und 900°C, insbesondere zwischen 500°C und 800°C liegen/liegt.
 11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die mindestens eine Zwischentemperatur um wenigstens 20°C, vorzugsweise um wenigstens 50°C tiefer liegend gewählt wird als die Maximaltemperatur der vorangehenden Beschichtungsphase.
 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** der erste Beschichtungsabschnitt (I) einen Zeitraum zwischen 2 und 15 Minuten, vorzugsweise zwischen 3 und 10 Minuten einnimmt.
 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** im Anschluß an den ersten Beschichtungsabschnitt (I) mehrere Zyklen aus jeweils einem Abkühlungsabschnitt (II) und einem Beschichtungsabschnitt (III) vorgesehen werden.
 14. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** der erste Beschichtungsabschnitt (I) eine Zeitdauer

EP 1 161 570 B1

zwischen 5 und 12 Minuten einnimmt und der Abkühlungsabschnitt (II) und Beschichtungsabschnitt (III) jedes Zyklus jeweils eine Zeitdauer zwischen 0,3 und 3 Minuten einnehmen.

- 5
15. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Trägerkörper (3) nach dem Beschichtungsvorgang einer Wärmebehandlung unterzogen wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Wärmebehandlung auf mindestens einem Temperaturniveau vorgenommen wird, das zwischen 550° und 800°C, vorzugsweise zwischen 600° und 750°C liegt.
- 10
17. Verfahren nach Anspruch 15 oder 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Wärmebehandlung von mindestens einer halben Stunde Dauer vorgesehen wird.
18. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Trägerkörper (3) nach dem Beschichtungsvorgang einer Magnetisierungsbehandlung unterzogen wird.
- 15
19. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Trägerkörper (3) aus Cu oder einem Cu-haltigen Material, insbesondere einer Cu-Legierung, oder aus einem legierten oder unlegierten Stahl vorgesehen wird.
- 20
20. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Schicht (4) ausgebildet wird, die zumindest die Komponenten Nd, Fe und B des SE-FE-B-Materials enthält.
21. Verfahren nach Anspruch 20, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Schicht (4) ausgebildet wird, die zumindest großenteils die hartmagnetische Nd₂Fe₁₄B-Phase enthält.
- 25
22. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Schicht (4) mit einer Dicke von über 0,5 mm, vorzugsweise von mindestens 1 mm abgeschieden wird.

30 Claims

1. Method of coating a support body with a layer of hard-magnetic material of the material system SE-FE-B, where the SE component contains at least one rare-earth metal and the FE component contains at least one ferromagnetic element, in which method the coating process includes a plasma spraying process in which a molten powder consisting of a precursor of the hard-magnetic material to be formed is sprayed on to the support body, several coating phases with heating of the respective surface to be coated and respective intermediate coating-free phases being provided for each region of the support body (3) to be coated during the coating process, **characterised in that** the temperature of the support body (3) is increased to a level ensuring recrystallisation of a hard-magnetic phase of the hard-magnetic material at least in a zone directed towards its surface (3a) to be coated at least towards the end of the coating process.
- 35
2. Method according to claim 1, **characterised in that** the temperature of the support body (3) is increased to a level no more than 100°C higher than the recrystallisation temperature of the hard-magnetic phase at least in its zone close to the surface.
- 45
3. Method according to claim 1 or claim 2, **characterised in that** different regions of the support body (3) are covered repeatedly one after the other by a plasma spray jet (16).
4. Method according to claim 3, **characterised by** movement of the plasma spray jet (16) and/or the support body (3).
- 50
5. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** a region of the support body (3) to be coated is covered repeatedly in a number of passes corresponding to the coating phases by a plasma spray jet (16) moved relative thereto.
- 55
6. Method according to claim 5, **characterised in that** a partial layer having a thickness (Δd) of between 1 and 20 μm , preferably between 3 and 15 μm , is applied in each pass.
7. Method according to claim 5 or claim 6, **characterised in that** the layer (4) is applied to the support body (3) in a

lamellar manner in at least 50 passes to a total thickness (d).

8. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** the coating process is divided into several coating stages (I; III) interrupted by at least one cooling stage (II).

9. Method according to claim 8, **characterised by** at least the first coating stage (I) from room temperature to a first maximum temperature, the cooling stage (II) from the first maximum temperature to an intermediate temperature and the second coating stage (III) from the intermediate temperature to a second maximum temperature.

10. Method according to claim 9, **characterised in that** the first maximum temperature and/or the second maximum temperature is/are in a temperature range of between 400°C and 900°C, in particular between 500°C and 800°C.

11. Method according to claim 9 or claim 10, **characterised in that** the at least one intermediate temperature is at least 20°C, preferably at least 50°C lower than the maximum temperature of the preceding coating phase.

12. Method according to one of claims 8 to 11, **characterised in that** the first coating stage (I) covers a period of between 2 and 15 minutes, preferably between 3 and 10 minutes.

13. Method according to one of claims 8 to 12, **characterised in that** the first coating stage (I) is followed by several cycles each consisting of a cooling stage (II) and a coating stage (III).

14. Method according to claim 13, **characterised in that** the first coating stage (I) covers a period of between 5 and 12 minutes and the cooling stage (II) and the coating stage (III) of each cycle each cover a period of between 0.3 and 3 minutes.

15. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** the support body (3) is subjected to heat treatment after the coating process.

16. Method according to claim 15, **characterised in that** the heat treatment is carried out at least at a temperature level between 550° and 800°C, preferably between 600° and 750°C.

17. Method according to claim 15 or claim 16, **characterised by** heat treatment lasting at least half an hour.

18. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** the support body (3) is subjected to magnetisation after the coating process.

19. Method according to one of the preceding claims, **characterised by** a support body (3) consisting of Cu or another Cu-containing material, in particular a Cu alloy, or an alloyed or unalloyed steel.

20. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** a layer (4) containing at least the components Nd, Fe and B of the SE-FE-B material is formed.

21. Method according to claim 20, **characterised in that** a layer (4) containing at least for the most part the hard-magnetic Nd₂Fe₁₄B phase is formed.

22. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** a layer (4) having a thickness of more than 0.5 mm, preferably at least 1 mm, is deposited.

Revendications

1. Procédé pour revêtir un corps porteur d'une couche en un matériau magnétique dur du système de matériau TR-FE-B, le composant TR contenant au moins un métal des terres rares et le composant FE au moins un élément ferromagnétique, pour lequel l'opération de revêtement comprend un processus de projection au plasma en projetant sur le corps porteur une poudre fondue d'un matériau primaire du matériau magnétique dur à former, avec, pendant l'opération de revêtement pour chaque zone du corps porteur (3) à revêtir, plusieurs phases de revêtement en chauffant la surface à revêtir concernée et à chaque fois une phase intermédiaire sans revêtement, **caractérisé en ce que** au moins dans une zone orientée vers sa surface (3a) à revêtir au moins vers la fin de l'opération de

EP 1 161 570 B1

revêtement, le corps porteur (3) est élevé à un niveau de température qui assure une recristallisation d'une phase magnétique dure du matériau magnétique dur.

- 5 2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce qu'
au moins dans sa zone proche de la surface, le corps porteur (3) est élevé à un niveau de température qui est au plus 100 °C au-dessus de la température de recristallisation de la phase magnétique dure.
- 10 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2,
caractérisé en ce que
différentes zones du corps porteur (3) sont successivement et de façon réitérée saisies par un jet de projection au plasma (16)
- 15 4. Procédé selon la revendication 3,
caractérisé par un déplacement du jet de projection au plasma (16) et/ou du corps porteur (3).
- 20 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'
une zone à revêtir du corps porteur (3) est balayée par un jet de projection au plasma (16) déplacé plusieurs fois par rapport à lui, le nombre de passages correspondant aux phases de revêtement.
- 25 6. Procédé selon la revendication 5,
caractérisé en ce qu'
à chaque passage est appliquée une couche partielle d'une épaisseur (Δd) comprise entre 1 et 20 μm , de préférence entre 3 et 15 μm .
- 30 7. Procédé selon la revendication 5 ou 6,
caractérisé en ce que
la couche (4) sur le corps porteur (3) est appliquée sous forme de lamelle avec une épaisseur totale (d) en au moins 50 passages.
- 35 8. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce que
l'opération de revêtement est subdivisée en plusieurs périodes de revêtement (I ; III) qui sont interrompues par au moins une période de refroidissement (II).
- 40 9. Procédé selon la revendication 8,
caractérisé en ce que
l'on prévoit au moins la première période de revêtement (I) depuis la température ambiante jusqu'à une première température maximale, la période de refroidissement (II) depuis la première température maximale jusqu'à une température intermédiaire et la deuxième période de revêtement (III) depuis la température intermédiaire jusqu'à une deuxième température maximale.
- 45 10. Procédé selon la revendication 9,
caractérisé en ce que
la première température maximale et/ou la deuxième température maximale est/sont dans une plage de températures comprise entre 400 °C et 900 °C, en particulier entre 500 °C et 800 °C.
- 50 11. Procédé selon la revendication 9 ou 10,
caractérisé en ce que
la température intermédiaire au moins au nombre d'une est choisie de préférence pour qu'elle soit inférieure d'au moins 20°C, de préférence d'au moins de 50 °C inférieure à la température maximale de la phase de revêtement précédente.
- 55 12. Procédé selon l'une des revendications 8 à 11,
caractérisé en ce que
la première période de revêtement (I) a une durée comprise entre 2 et 15 minutes, de préférence entre 3 et 10 minutes.

EP 1 161 570 B1

- 5
13. Procédé selon l'une des revendications 8 à 12,
caractérisé en ce que
suite à la première période de revêtement (I), on prévoit plusieurs cycles qui ont chacun une période de refroidissement (II) et une période de revêtement (III).
- 10
14. Procédé selon la revendication 13,
caractérisé en ce que
la première période de revêtement (I) a une durée comprise entre 5 et 12 minutes et la période de refroidissement (II) et la période de revêtement (III) de chaque cycle ont chacune une durée comprise entre 0,3 et 3 minutes.
- 15
15. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce que
le corps porteur (3) est soumis à un traitement thermique après l'opération de revêtement.
- 20
16. Procédé selon la revendication 15,
caractérisé en ce que
le traitement thermique est réalisé à au moins un niveau de température qui est compris entre 550 ° et 800 °C, de préférence entre 600 ° et 750 °C.
- 25
17. Procédé selon la revendication 15 ou 16,
caractérisé en ce que
l'on prévoit un traitement thermique d'une durée d'au moins une demi-heure.
- 30
18. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce que
le corps porteur (3) est soumis à un traitement d'aimantation après l'opération de revêtement.
- 35
19. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce que
l'on prévoit un corps porteur (3) en Cu ou en un matériau contenant du Cu, en particulier un alliage de Cu, ou en un acier allié ou non allié.
- 40
20. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'
on forme une couche (4) qui contient au moins les composants Nd, Fe et B du matériau TR-FE-B.
- 45
21. Procédé selon la revendication 20,
caractérisé en ce qu'
on forme une couche (4) qui contient au moins en majeure partie la phase magnétique dure Nd₂Fe₁₄B.
- 50
22. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce que
l'on dépose une couche (4) d'une épaisseur de plus de 0,5 mm, de préférence d'au moins 1 mm.
- 55

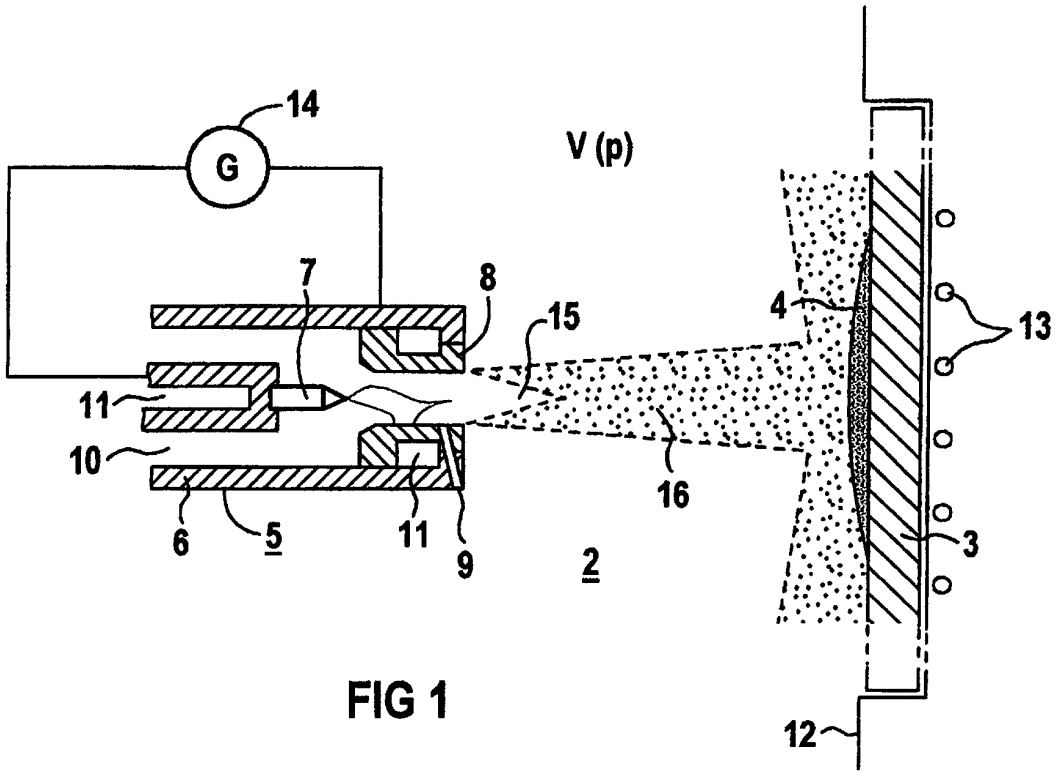


FIG 1

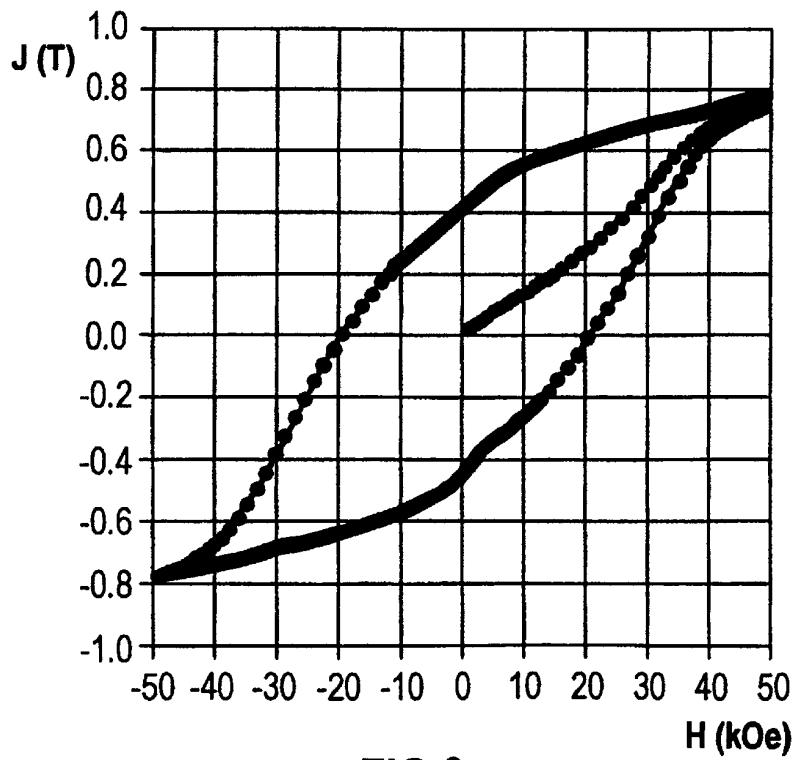


FIG 3

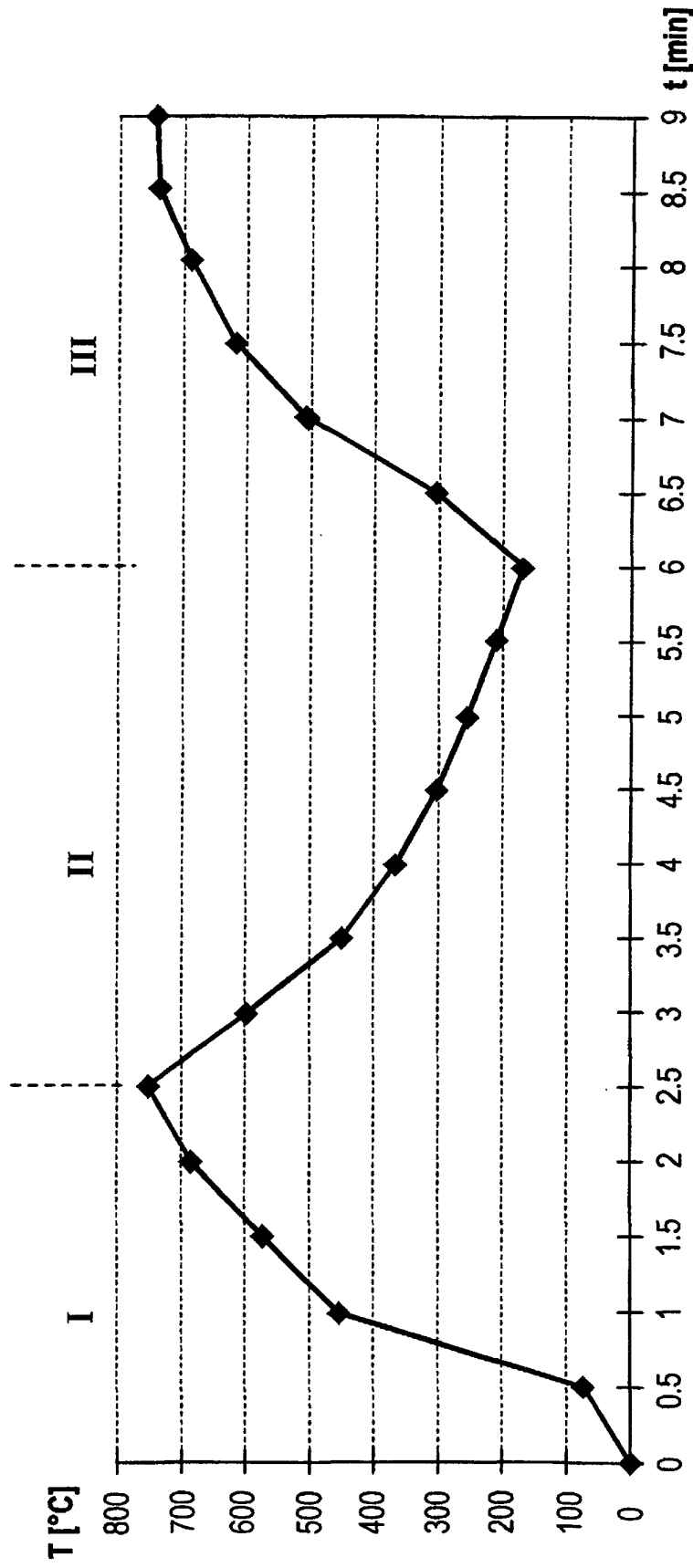


FIG 2

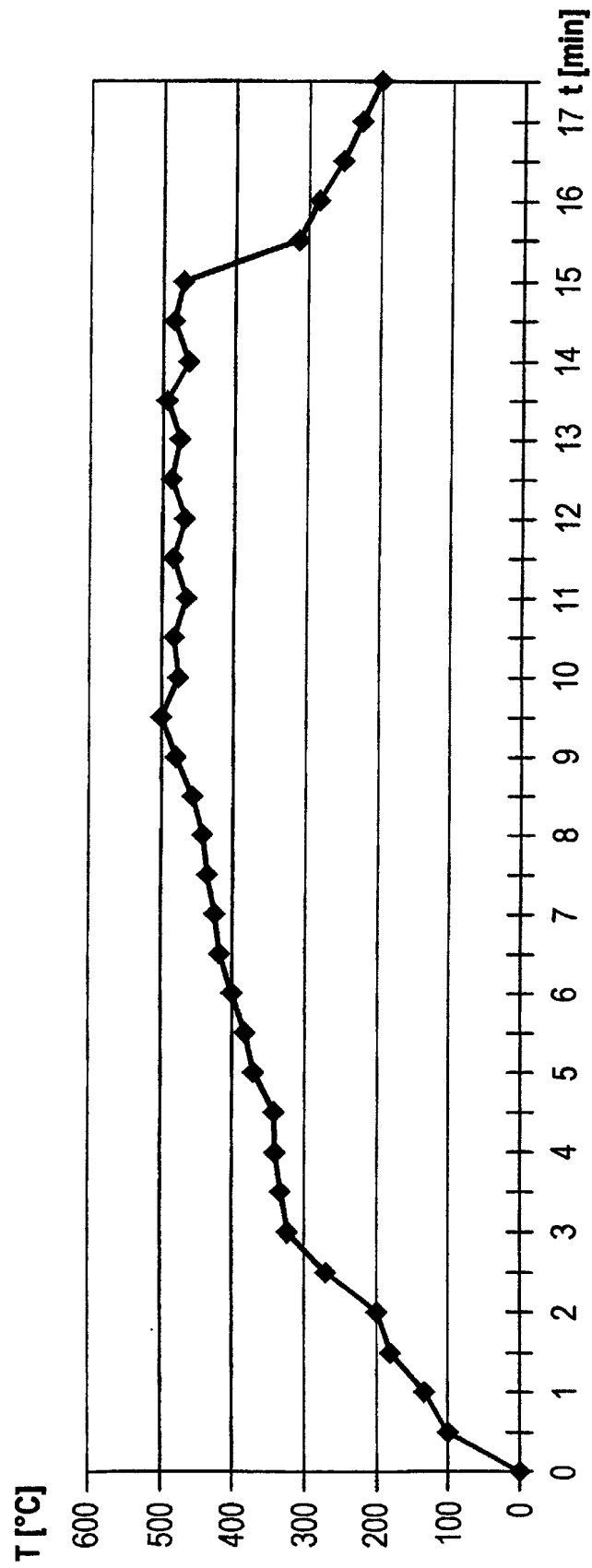


FIG 4

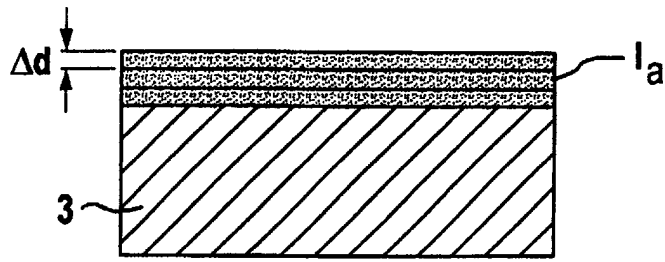


FIG 5

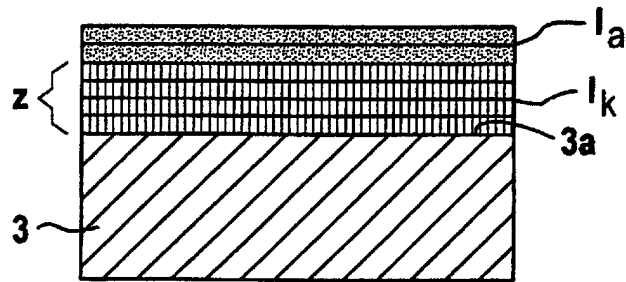


FIG 6

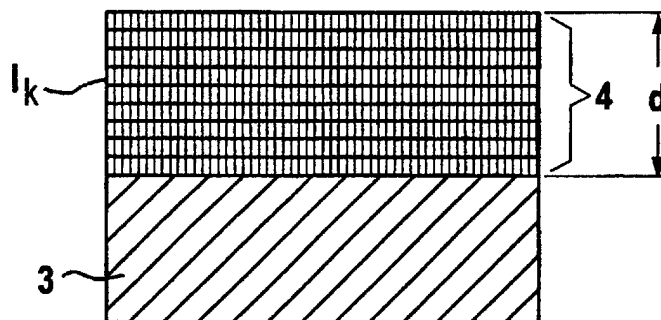


FIG 7