



(11) **EP 1 514 282 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**15.04.2009 Patentblatt 2009/16**

(51) Int Cl.:  
**H01F 1/33** <sup>(2006.01)</sup> **H01F 41/02** <sup>(2006.01)</sup>  
**F16K 31/02** <sup>(2006.01)</sup>

(21) Anmeldenummer: **03704253.8**

(86) Internationale Anmeldenummer:  
**PCT/DE2003/000211**

(22) Anmeldetag: **27.01.2003**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:  
**WO 2003/105161 (18.12.2003 Gazette 2003/51)**

(54) **WEICHMAGNETISCHER PULVERVERBUNDWERKSTOFF; VERFAHREN ZU DESSEN HERSTELLUNG UND DESSEN VERWENDUNG**

SOFT MAGNETIC POWDER COMPOSITE MATERIAL, METHOD FOR THE PRODUCTION THEREOF AND USE OF THE SAME

MATIERE COMPOSITE EN POUDRE MAGNETIQUE DOUCE, SES PROCÉDES DE PRODUCTION ET D'UTILISATION

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IT LI LU MC NL PT SE SI SK TR**

(30) Priorität: **06.06.2002 DE 10225154**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**16.03.2005 Patentblatt 2005/11**

(73) Patentinhaber: **ROBERT BOSCH GMBH**  
**70442 Stuttgart (DE)**

(72) Erfinder:  
• **OKUMUS, Adnan**  
**70469 Stuttgart (DE)**

• **DRAXLER, Waldemar**  
**71706 Markgroeningen (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 406 580 DE-A- 19 960 095**  
**US-A- 5 982 073**

• **DATABASE WPI Section Ch, Week 197837**  
**Derwent Publications Ltd., London, GB; Class**  
**L03, AN 1978-66244A XP002242160 & JP 53**  
**091397 A (HITACHI LTD), 11. August 1978**  
**(1978-08-11)**

• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 192**  
**(E-753), 9. Mai 1989 (1989-05-09) & JP 01 013705**  
**A (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD), 18.**  
**Januar 1989 (1989-01-18)**

**EP 1 514 282 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft einen weichmagnetischen Pulververbundwerkstoff, ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Werkstoffes sowie dessen Verwendung nach der Gattung der unabhängigen Ansprüche.

### Stand der Technik

**[0002]** Moderne Benzin- und Dieselmotoren benötigen immer leistungsfähigere Magnet-Einspritzventile, um beispielsweise den Forderungen nach Verbrauchsreduzierung und Schadstoffreduzierung nachzukommen. Bekannte schnell schaltende Magnetenspritzventile werden aus weichmagnetischen Werkstoffen wie beispielsweise FeCr- oder PeCo-Legierungen oder aus Pulververbundwerkstoffen mit möglichst hohem spezifischen elektrischem Widerstand hergestellt. Durch legierungstechnische Maßnahmen ist bei metallischen Werkstoffen jedoch nur ein spezifischer elektrischer Widerstand von maximal  $1 \mu\Omega\text{m}$  erreichbar.

**[0003]** Weiterhin ist auch bereits bekannt, einen Magnetwerkstoff aus Eisenpulver und organischem Binder in Ventilen für die Dieseleinspritzung (Common Rail System) einzusetzen. Diese Werkstoffe weisen zwar höhere spezifische elektrische Widerstände als die vorgenannten weichmagnetischen Legierungswerkstoffe auf, sie sind jedoch vielfach nur eingeschränkt treibstoff- und temperaturbeständig und zudem schlecht bearbeitbar.

**[0004]** In DE 199 60 095 A1 ist ein gesinterter weichmagnetischer Verbundwerkstoff und ein Verfahren zu dessen Herstellung beschrieben, bei dem in einer Ausgangsmischung aus der sich nach einer Wärmebehandlung ein weichmagnetischer Verbundwerkstoff bildet, eine ferromagnetische Ausgangskomponente als Hauptbestandteil und eine ferritische Ausgangskomponente als Nebenbestandteil eingesetzt werden. Die zweite Ausgangskomponente bildet nach der Wärmebehandlung der Ausgangsmischung zu dem Verbundwerkstoff eine Korngrenzenphase. Die erste Ausgangskomponente ist beispielsweise ein Reineisenpulver oder ein phosphatierte Eisenpulver, die zweite Ausgangskomponente beispielsweise ein Ferrit-Pulver, insbesondere ein weichferritisches Pulver wie MnZn-Ferrit oder NiZn-Ferrit. Der Anteil des Eisenpulvers in der Ausgangsmischung beträgt 95 bis 99 Gewichtsprozent, der Anteil des Ferritpulvers 1 bis 25 Gewichtsprozent.

**[0005]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung war die Bereitstellung eines weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffes, der eine möglichst hohe magnetische Sättigungspolarisation und magnetische Permeabilität in Kombination mit einem möglichst hohen spezifischen elektrischen Widerstand aufweist, und der insbesondere die Eigenschaften des Verbundwerkstoffes gemäß DE 199 60 095 A1 verbessert.

## Vorteile der Erfindung

**[0006]** Der erfindungsgemäße weichmagnetische Pulververbundwerkstoff hat gegenüber dem Stand der Technik den Vorteil, dass er eine magnetische Sättigungspolarisation von mehr als 1,85 Tesla, insbesondere 1,90 Tesla bis 2,05 Tesla, aufweist, und dass er einen gegenüber dem Stand der Technik deutlich erhöhten spezifischen elektrischen Widerstand von mehr als  $1 \mu\Omega\text{m}$ , insbesondere von  $5 \mu\Omega\text{m}$  bis  $15 \mu\Omega\text{m}$  besitzt. In der Regel liegt der spezifische elektrische Widerstand bei ca.  $10 \mu\Omega\text{m}$ . Darüber hinaus ist vorteilhaft, dass der erfindungsgemäße weichmagnetische Pulververbundwerkstoff eine Biegefestigkeit von mehr als 120 MPa, gemessen an zylindrischen Proben, aufweist. Die Kantenbruchfestigkeit von aus diesem Werkstoff hergestellten Bauteilen in Form von Mägnettöpfen für Einspritzventile liegt bei über 45 kN, und der erhaltene weichmagnetische Pulververbundwerkstoff ist darüber hinaus bis mindestens  $400^\circ\text{C}$  temperaturbeständig und kraftstoffbeständig. Insofern eignet er sich sehr gut zur Herstellung schnell schaltender Magnetventile, wie sie bei der Dieseleinspritzung in Kraftfahrzeugmotoren benötigt werden.

**[0007]** Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung des weichmagnetischen Pulverwerkstoffes ist vorteilhaft, dass das Pressen durch Zusetzen eines Presshilfsmittels zu der Ausgangsmischung, beispielsweise ein Microwachs, erleichtert werden kann, und dass die Eigenschaften des erhaltenen Pulververbundwerkstoffes sehr einfach über die Gasatmosphäre und das Temperaturprogramm beim Entbindern bzw. der Wärmebehandlung eingestellt werden können.

**[0008]** Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den in den Unteransprüche genannten Maßnahmen.

**[0009]** So ist es besonders vorteilhaft, wenn das eingesetzte Weichferritpulver ein MnZn-Ferritpulver, ein NiZn-Ferritpulver oder eine Mischung aus beiden Pulvern ist. Das eingesetzte Reineisenpulver, Eisenlegierungspulver oder das bevorzugt eingesetzte phosphatierte Eisenpulver weisen weiter vorteilhaft eine mittlere Korngröße der Pulverteilchen zwischen  $30 \mu\text{m}$  und  $150 \mu\text{m}$  auf, während die Korngröße des eingesetzten Weichferritpulvers demgegenüber vorteilhaft deutlich kleiner ist und im Mittel weniger als  $20 \mu\text{m}$  beträgt. Bevorzugt beträgt die mittlere Korngröße der eingesetzten Weichferritpulverteilchen weniger als  $5 \mu\text{m}$ , insbesondere weniger als  $1 \mu\text{m}$ .

### Ausführungsbeispiele

**[0010]** Zur Herstellung des weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffes geht man zunächst von einer Ausgangsmischung aus, die aus einem Reineisenpulver oder einem phosphatierten Eisenpulver und einem Weichferritpulver besteht. Alternativ zu dem Eisenpulver können auch Eisenlegierungspulver wie FeCr-Pulver

oder FeCo-Pulver eingesetzt werden.

**[0011]** Bevorzugt wird phosphatiertes Eisenpulver eingesetzt, da damit die besten elektrischen Eigenschaften des Pulververbundwerkstoffes erzielt werden.

**[0012]** Weiter kann der Ausgangsmischung auch ein Presshilfsmittel, wie ein Microwachs, zugesetzt sein, das im Laufe einer nachfolgenden Wärmebehandlung der Ausgangsmischung zur Herstellung des weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffes wieder entfernt wird. Der Anteil des Presshilfsmittels in der Ausgangsmischung beträgt 0 Masse% bis maximal 0,8 Masse%. Abgesehen von dem Presshilfsmittel besteht die Ausgangsmischung aus mindestens 99,4 Masse% eines Reineisenpulvers oder eines phosphatierten Eisenpulvers und 0,1 Masse% bis 0,6 Masse% eines Weichferritpulvers. Bevorzugt beträgt der Anteil des Reineisenpulvers oder des phosphatierten Eisenpulvers mehr als 99,5 Masse%, insbesondere 99,7 Masse% bis 99,8 Masse%. Der Anteil des Weichferritpulvers beträgt bevorzugt weniger als 0,5 Masse%, insbesondere 0,1 Masse% bis 0,3 Masse%. Bei dieser Berechnung der Zusammensetzung des erhaltenen weichmagnetischen Verbundwerkstoffes, die sich nach einem Mischen, einem Verdichten, einem Entbindern und der Wärmebehandlung der zunächst hergestellten Ausgangsmischung einstellt, wurden unvermeidbare Verunreinigungen bzw. geringfügige Reste des zunächst zugesetzten Presshilfsmittels, die möglicherweise noch vorhanden sind, vernachlässigt.

**[0013]** Das eingesetzte Weichferritpulver ist bevorzugt ein Mangan-Zink-Ferrit ( $\text{MnZnOFe}_2\text{O}_3$ ) oder ein Nickel-Zink-Ferrit ( $\text{NiZnO-Fe}_2\text{O}_3$ ) oder eine Mischung aus beiden Pulvern. Bevorzugt wird phosphatiertes Eisenpulver oder phosphatiertes Reineisenpulver und eines dieser beiden weichferritischen Pulver eingesetzt.

**[0014]** Das Reineisenpulver oder das phosphatierte Eisenpulver weist eine mittlere Korngröße der Pulverteilchen von 50  $\mu\text{m}$  bis 100  $\mu\text{m}$  auf. Die Korngröße des eingesetzten weichferritischen Pulvers liegt bevorzugt deutlich unter 20  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise unter 5  $\mu\text{m}$ . Beispielsweise liegt sie im Bereich zwischen 0,5  $\mu\text{m}$  bis 2  $\mu\text{m}$ , insbesondere bei 1  $\mu\text{m}$ .

**[0015]** Im Übrigen sei noch betont, dass bei der Zusammensetzung der Ausgangsmischung, die im Wesentlichen aus dem Reineisenpulver oder dem phosphatierten Eisenpulver und dem Weichferritpulver besteht, je nach beabsichtigter Verwendung des erhaltenen Werkstoffes über eine Variation der Zusammensetzung des Werkstoffes einerseits mehr Gewicht auf eine möglichst hohe magnetische Sättigungspolarisation und eine möglichst hohe magnetische Permeabilität, d.h.  $\mu_{\text{max}}$  größer 800, oder andererseits mehr Gewicht auf einen möglichst hohen spezifischen elektrischen Widerstand gelegt werden kann.

**[0016]** Die vorstehend erläuterten Pulver werden zunächst wie erläutert in Form einer Ausgangsmischung bereitgestellt, diese wird vermischt und anschließend mit Hilfe einer Presse unter erhöhtem Druck verdichtet und in die gewünschte Form gebracht. Anschließend werden

die derart hergestellten Grünkörper in einem Ofen in einer Inertgasatmosphäre, beispielsweise einer Stickstoffatmosphäre, oder einer sauerstoffhaltigen Gasatmosphäre entbindert. Dazu wird die verdichtete Ausgangsmischung in dem Ofen auf eine Temperatur von 400°C bis 500°C aufgeheizt und dort über eine Zeitdauer von 10 Minuten bis 1 Stunde gehalten. Die Temperatur beim Entbindern hängt vor allem von dem eingesetzten Presshilfsmittel, d.h. dem verwendeten Mikrowachs, ab. Insofern kann sie auch unterhalb den erläuterten 400°C, beispielsweise im Bereich von 220°C bis 300°C liegen.

**[0017]** Nach dem Entbindern erfolgt eine weitere Wärmebehandlung der entbinderten, verdichteten Ausgangsmischung in einer oxidierenden Gasatmosphäre bei einer Temperatur von 410°C bis 500°C in einem Ofen. Dabei wird der Pressling in dem Ofen auf diese Temperatur aufgeheizt und dort über eine Zeitdauer von 20 Minuten bis 400 Minuten, beispielsweise 200 Minuten, gehalten. Die Gasatmosphäre in dem Ofen ist beispielsweise Luft.

**[0018]** Nach Abschluss dieses Verfahrens wird ein weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff erhalten, bei dem das eingesetzte Weichferritpulver zumindest weitgehend als Korngrenzenphase vorliegt, d.h. die weichferritischen Pulverteilchen umgeben die in dem Pulververbundwerkstoff eingesetzten Eisenpulverteilchen.

**[0019]** Das im Laufe des Herstellungsverfahrens eingesetzte Presshilfsmittel erleichtert die Verdichtung und Formgebung der Ausgangsmischung beim Pressen. Andererseits sollte das Presshilfsmittel beim Entbindern wieder vollständig entfernt bzw. verdampft werden, so dass es keinen direkten Einfluss auf die erreichbaren Materialkennwerte des erhaltenen weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffes hat. Dies wird vor allem durch Verwendung von Microwachs als Presshilfsmittel erreicht.

**[0020]** Das Verdichten der Ausgangsmischung in der Matrize unter erhöhtem Druck erfolgt bevorzugt durch uniaxiales Pressen bei einem Druck von bevorzugt 500 MPa bis 1000 MPa.

**[0021]** Abschließend sei nach erwähnt, dass mit dem erfindungsgemäßen weichmagnetischen Pulververbundwerkstoff hergestellte Magnetventile bei typischen Einsatzbedingungen in der Diesel-Einspritzung von Kraftfahrzeugen uneingeschränkt treibstoff- und temperaturbeständig sind. Weiter weisen sie eine sehr gute mechanische Belastbarkeit sowohl hinsichtlich Biegefestigkeit wie auch Kantenbruchfestigkeit auf.

## Patentansprüche

1. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff, der aus mindestens 99,4 Masse% eines Reineisenpulvers, eines phosphatierten Eisenpulvers oder eines Eisenlegierungspulvers und 0,05 Masse% bis 0,6 Masse% eines Weichferritpulvers besteht.

2. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Weichferritpulver ein MnZn-Ferritpulver, ein NiZn-Ferritpulver oder eine Mischung aus beiden ist.
3. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Reineisenpulver oder das phosphatierte Eisenpulver eine mittlere Korngröße der Pulverteilchen zwischen 30  $\mu\text{m}$  und 150  $\mu\text{m}$  aufweist.
4. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Weichferritpulver eine mittlere Korngröße der Pulverteilchen von weniger als 20  $\mu\text{m}$  aufweist.
5. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die mittlere Korngröße der Pulverteilchen unter 5  $\mu\text{m}$ , insbesondere unter 1  $\mu\text{m}$ , liegt.
6. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** er eine Sättigungspolarisation von mehr als 1,85 Tesla, insbesondere 1,90 Tesla bis 2,05 Tesla, aufweist.
7. Weichmagnetischer Pulververbundwerkstoff nach einem der vorangehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, dass** er einen spezifischen elektrischen Widerstand von mehr als 1  $\mu\Omega\text{m}$ , insbesondere 5  $\mu\Omega\text{m}$  bis 15  $\mu\Omega\text{m}$ , aufweist.
8. Verfahren zur Herstellung eines weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffes nach einem der vorangehenden Ansprüche mit den Verfahrensschritten: a) Bereitstellen einer Ausgangsmischung mit einem Reineisenpulver, einem phosphatierte Eisenpulver oder einem Eisenlegierungspulver und einem Weichferritpulver, b) Mischen der Ausgangsmischung, c) Verdichten, der Ausgangsmischung in einer Presse unter erhöhtem Druck, d) Entbindern der verdichteten Ausgangsmischung in einer Inertgasatmosphäre oder einer sauerstoffhaltigen Gasatmosphäre, und e) Wärmebehandlung der verdichteten Ausgangsmischung in einer oxidierenden Gasatmosphäre bei einer Temperatur von 410°C bis 500 C.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Ausgangsmischung vor dem Mischen ein Presshilfsmittel, insbesondere ein Microwachs, zugesetzt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Entbindern bei einer Temperatur von 400°C bis 520°C über eine Zeitdauer von 10 Minuten bis 1 h erfolgt.

11. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Wärmebehandlung über eine Zeitdauer von 20 min bis 400 min erfolgt.

5 12. Verfahren nach Anspruch 8 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Entbindern in einer Stickstoffatmosphäre oder einem Sauerstoff-Stickstoff-Gemisch, insbesondere mit 5 Vol% bis 30 Vol% Sauerstoff, oder an Luft über eine Zeitdauer von 10 min bis 70 min erfolgt.

10 13. Verwendung eines Weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffes nach einem der vorangehenden Ansprüche in schnell schaltenden Magnetventilen, insbesondere bei der Dieseleinspritzung in Kraftfahrzeugmotoren.

#### Claims

1. Soft-magnetic powder composite material consisting of at least 99.4% by mass of a pure iron powder, of a phosphated iron powder or of an iron alloy powder and from 0.05% by mass to 0.6% by mass of a soft ferrite powder.
2. Soft-magnetic powder composite material according to Claim 1, **characterized in that** the soft ferrite powder is an MnZn ferrite powder, an NiZn ferrite powder or a mixture of the two.
3. Soft-magnetic powder composite material according to Claim 1 or 2, **characterized in that** the mean grain size of the particles of the pure iron powder or of the phosphated iron powder is between 30  $\mu\text{m}$  and 150  $\mu\text{m}$ .
4. Soft-magnetic powder composite material according to Claim 1 or 2, **characterized in that** the mean grain size of the particles of the soft ferrite powder is less than 20  $\mu\text{m}$ .
5. Soft-magnetic powder composite material according to Claim 4, **characterized in that** the mean grain size of the powder particles is less than 5  $\mu\text{m}$ , in particular less than 1  $\mu\text{m}$ .
6. Soft-magnetic powder composite material according to one of the preceding claims, **characterized in that** it has a saturation polarization of more than 1.85 Tesla, in particular of from 1.90 Tesla to 2.05 Tesla.
7. Soft-magnetic powder composite material according to one of the preceding claims, **characterized in that** it has an electrical resistivity of more than 1  $\mu\Omega\text{m}$ , in particular of from 5  $\mu\Omega\text{m}$  to 15  $\mu\Omega\text{m}$ .
8. Process for producing a soft-magnetic powder com-

posite material according to one of the preceding claims, comprising the following process steps: a) providing a starting mixture comprising a pure iron powder, a phosphated iron powder or an iron alloy powder and a soft ferrite powder, b) mixing the starting mixture, c) compressing the starting mixture in a press under elevated pressure, d) removing the binder from the compressed starting mixture in an inert gas atmosphere or an oxygen-comprising gas atmosphere, and e) subjecting the compressed starting mixture to heat treatment in an oxidizing gas atmosphere at a temperature of from 410°C to 500°C.

9. Process according to Claim 8, **characterized in that** mixing is preceded by the addition of a pressing aid, in particular a microwax, to the starting mixture.
10. Process according to Claim 8, **characterized in that** the binder is removed at a temperature of from 400°C to 520°C over a time period of from 10 minutes to 1 h.
11. Process according to Claim 8, **characterized in that** the heat treatment is carried out over a time period of from 20 minutes to 400 minutes.
12. Process according to Claim 8 or 10, **characterized in that** the binder is removed in a nitrogen atmosphere or an oxygen/nitrogen mixture, in particular comprising from 5% by volume to 30% by volume of oxygen, or in air over a time period of from 10 minutes to 70 minutes.
13. Use of a soft-magnetic powder composite material according to one of the preceding claims in rapidly switching solenoid valves, in particular for diesel injection in motor vehicle engines.

## Revendications

1. Matériau composite magnétique doux en poudre constitué d'au moins 99,4 % en masse d'une poudre de fer pur, d'une poudre de fer phosphaté ou d'une poudre d'alliage de fer et de 0,05% en masse à 0,6 % en masse d'une poudre de ferrite douce.
2. Matériau composite magnétique doux en poudre selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la poudre de ferrite douce est une poudre de ferrite au Mn-Zn, une poudre de ferrite au NiZn ou un mélange de ces poudres.
3. Matériau composite magnétique doux en poudre selon les revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la poudre de fer pur ou la poudre de fer phosphaté présente des particules d'une granulométrie comprise entre 30 µm et 150 µm.

4. Matériau composite magnétique doux en poudre selon les revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la poudre de ferrite douce présente des particules d'une granulométrie moyenne inférieure à 20 µm.

5. Matériau composite magnétique doux en poudre selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** la granulométrie moyenne des particules de poudre est inférieure à 5 µm et en particulier inférieure à 1 µm.

6. Matériau composite magnétique doux en poudre selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** présente une polarisation de saturation supérieure à 1,85 Tesla et en particulier de 1,90 à 2,05 Tesla.

7. Matériau composite magnétique doux en poudre selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** présente une résistance électrique spécifique supérieure à 1 µΩ.m et en particulier de 5 µΩ.m à 15 µΩ.m.

8. Procédé de fabrication d'un matériau composite magnétique doux en poudre selon l'une des revendications précédentes, qui présente les étapes suivantes :

- a) préparation d'un mélange initial d'une poudre de fer pur, d'une poudre de fer phosphaté ou d'une poudre d'alliage de fer et d'une poudre de ferrite douce,
- b) homogénéisation du mélange initial,
- c) compactage du mélange initial dans une presse sous haute pression,
- d) enlèvement du liant du mélange de départ compacté dans une atmosphère de gaz inerte ou dans une atmosphère de gaz contenant de l'oxygène et
- e) traitement thermique du mélange de départ compacté, dans une atmosphère de gaz oxydante et à une température de 410°C à 500°C.

9. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce qu'avant** le mélange, un adjuvant de compression, en particulier une microcire, est ajouté au mélange de départ.

10. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** la déliaison s'effectue à une température de 400°C à 520°C et pendant une durée de 10 minutes à 1 h.

11. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** le traitement thermique est conduit pendant une durée de 20 min à 400 min.

12. Procédé selon les revendications 8 ou 10, **caractérisé en ce que** l'enlèvement du liant est réa-

lisé dans une atmosphère d'azote ou dans un mélange d'oxygène et d'azote, qui contient en particulier 5 % en volume à 30 % en volume d'oxygène, ou à l'air, pendant une durée de 10 min à 70 min.

5

- 13.** Utilisation d'un matériau composite magnétique doux en poudre selon l'une des revendications précédentes dans des soupapes magnétiques à commutation rapide, en particulier pour l'injection de diesel dans les moteurs à combustion interne.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

**IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente**

- DE 19960095 A1 [0004] [0005]