

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **226591**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **408634**

(22) Data zgłoszenia: **23.06.2014**

(51) Int.Cl.  
**C22C 33/04 (2006.01)**  
**C22C 45/02 (2006.01)**  
**H01F 1/057 (2006.01)**  
**C22C 38/00 (2006.01)**

---

(54) **Lity objętościowy stop o ultra-wysokiej koercji magnetycznej  
oraz sposób otrzymywania litego objętościowego stopu o ultra-wysokiej  
koercji magnetycznej**

---

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**04.01.2016 BUP 01/16**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**31.08.2017 WUP 08/17**

(73) Uprawniony z patentu:

**UNIWERSYTET ŚLĄSKI W KATOWICACH,  
Katowice, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**ARTUR CHROBAK, Katowice, PL**  
**GRZEGORZ ZIÓŁKOWSKI, Katowice, PL**  
**GRZEGORZ HANECZOK, Katowice, PL**

(74) Pełnomocnik:

**rzec. pat. Mariusz Grzesiczak**

---

**PL 226591 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest lity objętościowy stop o ultra-wysokiej koercji magnetycznej oraz sposób otrzymywania litego objętościowego stopu o ultra-wysokiej koercji magnetycznej.

Materiały magnetyczne znajdują szerokie zastosowanie we współczesnej technice. W szczególności te charakteryzujące się tzw. twardymi właściwościami magnetycznymi wykorzystywane są do produkcji magnesów stałych, czujników, silników elektrycznych, nośników danych itp. Najważniejsze parametry charakteryzujące twarde właściwości magnetyczne to pole koercji  $H_c$  oraz  $BH_{max}$ . Pole koercji określa wartość zewnętrznego pola magnetycznego potrzebnego do rozmagnesowania materiału, natomiast  $BH_{max}$  określa maksymalną wartość energii magnetycznej pola wytwarzanego przez próbkę. Dodatkowym parametrem jest  $JH_{max}$ , określony w drugiej ćwiartce pętli histerezy  $J(H)$ , gdzie  $J$  oznacza polaryzację magnetyczną. Parametr  $JH_{max}$  określa maksymalną energię magnetyczną zgromadzoną w materiale i wskazuje na jego magnetyczną stabilność, to jest odporność na pola zewnętrzne. Generalnie, poszukuje się materiałów o dużej wartości wszystkich wskazanych wyżej parametrów, które umożliwiają na przykład otrzymywanie magnesów stałych, które wytwarzają pola sił o dużej wartości, lub nośników danych o zwiększonej odporności na pola zewnętrzne.

Dotychczas znane są różne związki i stopy wykazujące dobre twarde właściwości magnetyczne. Za najlepsze pod tym względem uważa się trójskładnikowe związki RE-Fe-B, gdzie RE oznacza pierwiastki ziem rzadkich, przeważnie Nd. Związki takie charakteryzują się wartościami pola koercji około 1,2 T oraz  $|BH|_{max}$  około 400 kJ/m<sup>3</sup>. Spośród znanych metod otrzymywania tego typu związków wymienić można bezpośrednio odlewanie, spiekanie proszków czy szybkie chłodzenie z fazy ciekłej (meltspinning).

Znane są wynalazki dotyczące twardych magnesów na bazie stopów RE-Fe-B. Ważniejsze z nich zestawiono w tabeli I.

Tabela I

Nr patentu	Tytuł wynalazku	Grupa materiałów	Korzystne parametry
US6261387	Rare-earth iron-boron magnet containing cerium and lanthanum	$[(Ce_xLa_{1-x})yRE_{1-v}]z(F_{1-v}B_v)$ RE-pierw. ziem rzadkich F-Fe, Co	$H_c \approx 0,4 \text{ T}$
US6120620	Praseodymium-rich iron-boron-rare earth composition, permanent magnet produced therefrom, and method of making	Pr (13–19% at.) B (4–20% at.) Fe (61–83% at.)	$H_c \approx 0,8 \text{ T}$ $BH_{max} \approx 35 \text{ MgOe}$
US5690752	Permanent magnet containing rare earth metal, boron and iron	RE (25–31% wag.) B (0,5–1,5% wag.) Fe (reszta)	$H_c \approx 1,5 \text{ T}$ $BH_{max} \approx 41 \text{ MgOe}$
US5449417	R-Fe-B magnet alloy, isotropic bonded magnet and method of producing same	RE-Fe-B-M RE-pierw. ziem rzadkich (12,5–15% at.) B (4–8% at.) M-Mb,W,V,Mo,Ta, (0,05–3% at.)	$H_c \approx 2 \text{ T}$

Do najbliższego stanu techniki zaliczyć należy rozwiązanie pt: „R-Fe-B magnet alloy, isotropic bonded magnet and method of producing same” (US5449417).

Zakresy zastrzeżonych składów, a zwłaszcza boru (4–8% atomowo) i niobu (0,05–3% at.), znacząco różnią się od proponowanych w zgłaszanym rozwiązaniu. Ponadto zastrzeżone stopy były wykonane metodą melt-spinningu w formie cienkich taśm, co ogranicza ich zastosowanie. W wielu aplikacjach wymagane są lite materiały objętościowe w postaci prętów, dysków lub innych kształtów.

Z literatury znany jest sposób otrzymywania materiałów o poprawionych twardych właściwościach magnetycznych, w którym zastosowano metodę tzw. Odsysania próżniowego, jako sposób otrzymywania materiałów magnetycznie twardych, z tym że skoncentrowano się na stopie Tb-Fe-Nb-B (główne prace to: A. Chrobak G, Ziółkowski, N. Randrianantoandro, J. Klimontko, G. Haneczok,

*Phase structure and magnetic properties of Fe-Nb-BTb type of bulk nanocrystalline alloys*, Journal of Alloys and Compounds, 537 (2012) 154–158; A. Chrobak, G. Ziółkowski, N. Randrianantoandro, *Magnetic hardening of Fe-Nb-B-Tb type of bulk nanocrystalline alloys*, Journal of Alloys and Compounds 583 (2014) 48–54). Z rodziny badanych stopów najlepsze właściwości otrzymano dla  $(\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  ( $H_c=3,36$  T,  $|JH|_{\max}=121$  kJ/m<sup>3</sup>). Prąd topienia, który jest ważnym parametrem technologicznym wynosił 25 A, a średnica formy wynosiła 0,5 mm. Na szczególną uwagę zasługuje trzykrotnie większa wartość pola koercji w stosunku do typowych magnesów Nd-Fe-B. Wskazane powyżej publikacje dotyczą tylko i wyłącznie stopów z sześcioprocentową zawartością niobu oraz dodatku w postaci terbu, a zastosowane parametry technologiczne nie gwarantują optymalnych właściwości otrzymanych materiałów. Z dotychczasowego stanu techniki nie są znane rozwiązania umożliwiające otrzymanie litych objętościowych materiałów o wartościach pola koercji przekraczających 4 T.

Celem twórców wynalazku było opracowanie sposobu, który pozwalałby otrzymać materiał o jeszcze lepszych właściwościach magnetycznych niż otrzymywane dotychczas.

Istotę wynalazku stanowi lity objętościowy stop o ultra-wysokiej koercji magnetycznej, charakteryzujący się tym, że posiada następujący skład:  $(\text{Fe}_x\text{Nb}_v\text{B}_z)_{1-y}\text{RE}_y$ , gdzie RE oznacza Dy albo Y albo dowolną kombinację pierwiastków wybranych spośród Tb, Dy, Y,  $x = 70 \div 83$ , korzystnie 78,  $v = 2 \div 10$ , korzystnie 8,  $z = 10 \div 20$ , korzystnie 14,  $y = 0,08 \div 0,16$ , korzystnie 0,12.

Istotę wynalazku stanowi również sposób otrzymywania litego objętościowego stopu o ultra-wysokiej koercji magnetycznej, który polega na tym, że próbkę o składzie:  $(\text{Fe}_x\text{Nb}_v\text{B}_z)_{1-y}\text{RE}_y$ , gdzie RE oznacza Tb albo Dy albo Y albo dowolną kombinację tych pierwiastków,  $x = 70 \div 83$ , korzystnie 78,  $v = 2 \div 10$ , korzystnie 8,  $z = 10 \div 20$ , korzystnie 14,  $y = 0,08 \div 0,16$ , korzystnie 0,12, oraz masie zależnej od średnicy formy odlewniczej topi się wstępnie w piecu łukowym w atmosferze gazu ochronnego, stosując prąd topienia o wartości od 10 do 50 A. Następnie próbkę otrzymanego stopu umieszcza się w gnieździe formy odlewniczej, a komorę próbki kilkakrotnie przepłukuje się gazem ochronnym, po czym przeprowadza się zasadniczy cykl wytopu, w którym podgrzewa się próbkę stosując liniowo narastający prąd o wartości od 15 do maksymalnie 50 A, korzystnie do 35 A, następnie topi się ją, stosując prąd o wartości uzyskanej w etapie podgrzewania, w czasie niezbędnym do uzyskania jednorodności próbki, a następnie odsysa próżniowo poprzez otwarcie zaworu próżni, przy czym zasadniczy cykl wytopu prowadzi się w atmosferze gazu ochronnego pod ciśnieniem 0,2 atm, a przez cały czas zasadniczego cyklu wytopu formę odlewniczą chłodzi się utrzymując temperaturę poniżej 25°C.

Korzystnie, jako gaz ochronny stosuje się argon.

Sposób według wynalazku pozwala uzyskać lity objętościowy stop twardy magnetycznie, charakteryzujący się bardzo dużą wartością pola koercji oraz dużą stabilnością magnetyczną. Do cech innowacyjnych sposobu według wynalazku należy wykorzystanie Nb w zakresie zawartości od 2 do 10% atomowych jako dodatku stopowego do stopów typu RE-Fe-B (gdzie RE oznacza Tb, Dy, Y lub dowolną kombinację tych pierwiastków), oraz, co najistotniejsze, zastosowanie technologii odsysania próżniowego z właściwie dobranymi parametrami, która dodatkowo wzmacnia twarde właściwości magnetyczne materiału finalnego. W kontekście zastosowanej technologii niob jako dodatek stopowy spowalnia procesy dyfuzyjne podczas krystalizacji, co umożliwia otrzymywanie litych nanokrystalicznych stopów przy relatywnie niniejszej prędkości chłodzenia w porównaniu na przykład z techniką melt-spinningu. Okazało się też, że jednorodność stopu w fazie ciekłej (podczas odlewania) ma znaczący wpływ na jego skład fazowy i właściwości magnetyczne. Odpowiednią jednorodność uzyskano przez zwiększenie prądu topienia w ostatniej fazie produkcji stopu. W dziedzinie litych materiałów objętościowych stopy otrzymane sposobem według wynalazku osiągają nienotowane dotychczas wartości pola koercji (6,8 T) oraz stabilności właściwości magnetycznych ( $|JH|_{\max}=700$  kJ/m<sup>3</sup>).

Sposób według wynalazku zostanie bliżej objaśniony na podstawie poniższych przykładów i rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat aparatury do wytopów metodą odsysania próżniowego, fig. 2 – przebieg prądu w czasie cyklu topienia, fig. 3 – próbki w postaci litych prętów o średnicach 2, 1 oraz 0,5 mm, fig. 4 – pętle histerez magnetycznych dla stopu  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  (średnica  $d=1,5$  mm, prąd topienia  $I=15, 35$  A), fig. 5 – pętle histerez magnetycznych dla stopu  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  (średnice  $d=0,5, 1, 1,5$  mm), fig. 6 – pętle histerez magnetycznych dla stopu  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{1-x}\text{Tb}_x$  ( $x = 0,08, 0,1, 0,12$ , średnica  $d=0,5$  mm, prąd topienia  $I=35$  A), fig. 7 – pętle histerez magnetycznych dla stopu  $(\text{Fe}_{79}\text{Nb}_7\text{B}_{14})_{1-x}\text{Dy}_x$  ( $x = 0,08, 0,1, 0,12, 0,16$ , średnica  $d=1,5$  mm, prąd topienia  $I=25$  A), fig. 8 – pętle histerez magnetycznych dla stopu  $(\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_x\text{Y}_{0,12-x}$  ( $x = 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,1, 0,12$ ), fig. 9 – zależność pola koercji od parametru  $x$  dla stopu

$(\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_x\text{Y}_{0,12-x}$  ( $x = 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,1, 0,12$ ), fig. 10 – zależność parametru  $|JH|_{max}$  dla stopu  $(\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_x\text{Y}_{0,12-x}$  ( $x = 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,1, 0,12$ ), natomiast fig. 11 – pętle histerez magnetycznych dla stopu  $(\text{Fe}_{86-x}\text{Nb}_xB_{14})_{0,88}\text{Tb}_{12}$  ( $x = 2, 4, 6, 8$ ).

#### Przykład 1

Przykład zastosowania technologii odsysania próżniowego do produkcji stopów.

Stop o składzie  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  wstępnie stopiono w piecu łukowym w atmosferze ochronnej argonu. Masy próbek wynosiły 600 g, 400 g, 250 g, 150 g, odpowiednio dla średnic zastosowanych form wynoszących 2 mm, 1,5 mm, 1 mm, 0,5 mm. Na fig. 1 rysunku przedstawiono schemat zastosowanej aparatury do odsysania próżniowego, na którym odnośniki oznaczają: 1 – zasilacz (spawarka inwerterowa), 2 – sterownik, 3 – zawór elektromagnetyczny próżniowy, 4 – rezerwuuar próżni, 5 – próbka, 6 – forma wykonana z miedzi, 7 – blok miedziany chłodzony wodą, 8 – miedziana siatka, 9 – zawór ręczny. Każdą z przygotowanych próbek 5 w formie kulki umieszczono w gnieździe formy 6. Komorę próbki kilkakrotnie przepłukano argonem (z zastosowaniem pompy próżniowej) i pozostawiono pod ciśnieniem 0,2 atm. Następnie uruchomiono cykl wytopu, który przedstawiono schematycznie na fig. 2. Cykl składał się z fazy podgrzewania (czas 5 s, prąd od 15 do 35 A), topienia (czas 2 s, prąd 35 A) oraz odsysania (moment otwarcia zaworu próżni 3). Przez cały czas cyklu forma chłodzona była wodą o temperaturze 15°C. Otrzymane tą metodą próbki miały postać litych prętów o średnicach 2 mm, 1,5 mm, 1 mm oraz 0,5 mm, w zależności od zastosowanej formy. Figura 3 przedstawia otrzymane próbki stopów w postaci litych prętów o średnicach 2 mm, 1 mm oraz 0,5 mm.

Właściwości magnetyczne wybranych stopów przedstawiono w kolejnych przykładach.

#### Przykład 2 (wpływ prądu topienia na właściwości stopu)

Stopy o składzie  $(\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$ , wykonano sposobem według wynalazku w formie litych prętów o średnicy  $d = 1,5$  mm. Prąd topienia  $I$  wynosił 15, 25, 35 oraz 45 A. Pętle histerez magnetycznych wykonanych w temperaturze pokojowej przedstawiono na fig. 4. Pole koercji zmienia się od około 1 T dla  $I=15, 25$  A do około 5 T dla  $I=35, 45$  A. Parametr  $|JH|_{max}$  rośnie od wartości 35 kJ/m<sup>3</sup> dla  $I=15$  A do 375 kJ/m<sup>3</sup> dla  $I=45$  A. Z przykładu widać, że zastosowanie odpowiedniej wartości prądu w fazie topienia ma zasadniczy wpływ na otrzymane właściwości stopu finalnego.

#### Przykład 3 (wpływ średnicy zastosowanej formy na właściwości stopu)

Trzy próbki ze stopu o składzie  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  wykonano sposobem według wynalazku w formie litych prętów o średnicach  $d=0,5$  mm, 1 mm, 1,5 mm. Prąd topienia wynosił 35 A. Pętle histerez magnetycznych wykonanych w temperaturze pokojowej przedstawiono na fig. 5. Pole koercji zmienia się od 3,6 T dla  $d=1,5$  mm do 6,8 T dla  $d=0,5$  mm. Parametr  $|JH|_{max}$  rośnie od wartości 354 kJ/m<sup>3</sup> dla  $d=1,5$  mm do 590 kJ/m<sup>3</sup> dla  $d=0,5$  mm.

#### Przykład 4 (wpływ zawartości terbu na właściwości stopu)

Trzy próbki ze stopu o składzie  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{1-x}\text{Tb}_x$  ( $x = 0,08, 0,1, 0,12$ ) wykonano sposobem według wynalazku w formie litych prętów o średnicy  $d = 0,5$  mm. Prąd topienia wynosił 35 A. Pętle histerez magnetycznych wykonanych w temperaturze pokojowej przedstawiono na fig. 6. Pole koercji zmienia się od 0,6 T dla  $x = 0,08$  do 6,8 T dla  $x = 0,12$ . Parametr  $|JH|_{max}$  rośnie od wartości 32 kJ/m<sup>3</sup> dla  $x = 0,08$  do 700 kJ/m<sup>3</sup> dla  $x = 0,1$ .

#### Przykład 5 (wpływ zawartości dysprozu na właściwości stopu)

Cztery próbki ze stopu o składzie  $(\text{Fe}_{79}\text{Nb}_7\text{B}_{14})_{1-x}\text{Dy}_x$  ( $x = 0,08, 0,1, 0,12, 0,16$ ) wykonano sposobem według wynalazku w formie litych prętów o średnicy  $d=1,5$  mm. Prąd topienia wynosił 25 A. Pętle histerez magnetycznych wykonanych w temperaturze pokojowej przedstawiono na fig. 7. Pole koercji wynosi 0,4 T, 0,8 T, 2,1 T, 0,15 T, odpowiednio dla  $x = 0,08, 0,1, 0,12, 0,16$ . W tym przypadku wartości parametru  $|JH|_{max}$  nie są znacząco duże, największą wartość 84 kJ/m<sup>3</sup> wykazuje stop z  $x = 0,12$ .

#### Przykład 6 (wpływ podstawiania Tb/Y na właściwości stopu)

Siedem próbek ze stopu o składzie  $(\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_x\text{Y}_{0,12}$  ( $x = 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,1, 0,12$ ) wykonano sposobem według wynalazku w formie litych prętów o średnicy  $d=1,5$  mm. Prąd topienia wynosił 35 A. Pętle histerez magnetycznych wykonanych w temperaturze pokojowej przedstawiono na fig. 8. Zależność pola koercji od parametru  $x$  przedstawiono na fig. 9, zależność parametru  $|JH|_{max}$  przedstawiono na odpowiednio fig. 10.

#### Przykład 7 (wpływ zawartości niobu na właściwości stopu)

Cztery próbki ze stopu o składzie  $(\text{Fe}_{86-x}\text{Nb}_xB_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  ( $x = 2, 4, 6, 8$ ) wykonano sposobem według wynalazku w formie litych prętów o średnicy  $d=1,5$  mm. Prąd topienia wynosił 35 A. Pętle histerez magnetycznych wykonanych w temperaturze pokojowej przedstawiono na fig. 11. Pole koercji

wynosi 2,26 T, 3,63 T, 4,26 T, 4,5 T, odpowiednio dla  $x = 2, 4, 6, 8$ . Wartości parametru  $|JH|_{max}$  wynoszą  $126 \text{ kJ/m}^3$ ,  $276 \text{ kJ/m}^3$ ,  $279 \text{ kJ/m}^3$ ,  $350 \text{ kJ/m}^3$ , odpowiednio dla  $x = 2, 4, 6, 8$ .

Wyniki badań właściwości stopów otrzymanych sposobem według wynalazku dowodzą, iż zastosowanie niobu w ilości 2–10% jako dodatku stopowego w połączeniu z właściwie dobranymi parametrami technologicznymi (cykl czasowo-prądowy oraz zakres średnic form) powoduje znaczące magnetyczne utwardzenie stopów grupy RE-Fe-B (RE=Tb, Dy, Y). Spośród przedstawionych w powyższych przykładach stopów, największa wartość pola koercji wynosząca 6,8 T występuje w przypadku próbki ze stopu  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{0,88}\text{Tb}_{0,12}$  o średnicy 0,5 mm. Największa wartość parametru  $|JH|_{max}$  wynosi  $700 \text{ kJ/m}^3$  dla próbki ze stopu  $(\text{Fe}_{78}\text{Nb}_8\text{B}_{14})_{0,9}\text{Tb}_{0,1}$  o średnicy 0,5 mm. Uzyskana ultra-wysoka wartość pola koercji stanowi istotny postęp w stosunku do dotychczas znanych wysokokoercyjnych objętościowych materiałów twardych magnetycznie.

Sposób według wynalazku pozwala na produkcję materiałów o niespotykanych dotychczas twardych właściwościach magnetycznych, a w szczególności charakteryzujących się ultra-wysoką wartością pola koercji i stabilności magnetycznej. Materiały te można wykorzystać na przykład do konstrukcji bardzo efektywnych mikrosilników, mikrośilowników, czujników czy nośników danych o podwyższonej odporności na pola zewnętrzne. Dodatkowo, dzięki dużej wartości parametru  $|JH|_{max}$  otrzymane materiały mogą być potencjalnie wykorzystane w innowacyjnych systemach magazynowania energii.

### Zastrzeżenia patentowe

1. Lity objętościowy stop o ultra-wysokiej koercji magnetycznej, **znamienny tym**, że posiada następujący skład:  $(\text{Fe}_x\text{Nb}_v\text{B}_z)_{1-y}\text{RE}_y$ , gdzie RE oznacza Dy albo Y albo dowolną kombinację pierwiastków wybranych spośród Tb, Dy, Y,  $x = 70 \div 83$ , korzystnie 78,  $v = 2 \div 10$ , korzystnie 8,  $z = 10 \div 20$ , korzystnie 14,  $y = 0,08 \div 0,16$ , korzystnie 0,12.
2. Sposób otrzymywania litego objętościowego stopu o ultra-wysokiej koercji magnetycznej, **znamienny tym**, że próbkę o składzie  $(\text{Fe}_x\text{Nb}_v\text{B}_z)_{1-y}\text{RE}_y$ , gdzie RE oznacza Tb albo Dy albo Y albo dowolną kombinację tych pierwiastków,  $x = 70 \div 83$ , korzystnie 78,  $v = 2 \div 10$ , korzystnie 8,  $z = 10 \div 20$ , korzystnie 14,  $y = 0,08 \div 0,16$ , korzystnie 0,12, oraz masie zależnej od średnicy formy odlewniczej topi się wstępnie w piecu łukowym w atmosferze gazu ochronnego, stosując prąd topienia o wartości od 10 do 50 A, następnie próbkę otrzymanego stopu umieszcza się w gnieździe formy odlewniczej, komorę próbki kilkakrotnie przepłukuje się gazem ochronnym, po czym przeprowadza się zasadniczy cykl wytopu, w którym podgrzewa się próbkę stosując liniowo narastający prąd o wartości od 15 do maksymalnie 50 A, korzystnie do 35 A, następnie topi się ją, stosując prąd o wartości uzyskanej w etapie podgrzewania, w czasie niezbędnym do uzyskania jednorodności próbki, a następnie odsysa próżniowo poprzez otwarcie zaworu próżni, przy czym zasadniczy cykl wytopu prowadzi się w atmosferze gazu ochronnego pod ciśnieniem 0,2 atm, a przez cały czas zasadniczego cyklu wytopu formę odlewniczą chłodzi się utrzymując temperaturę poniżej  $25^\circ\text{C}$ .
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że jako gaz ochronny stosuje się argon.

## Rysunki

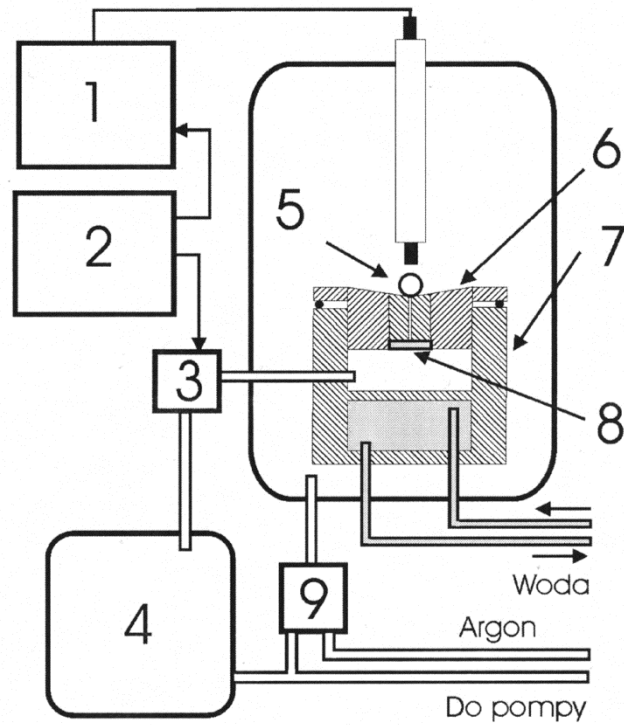


Fig. 1

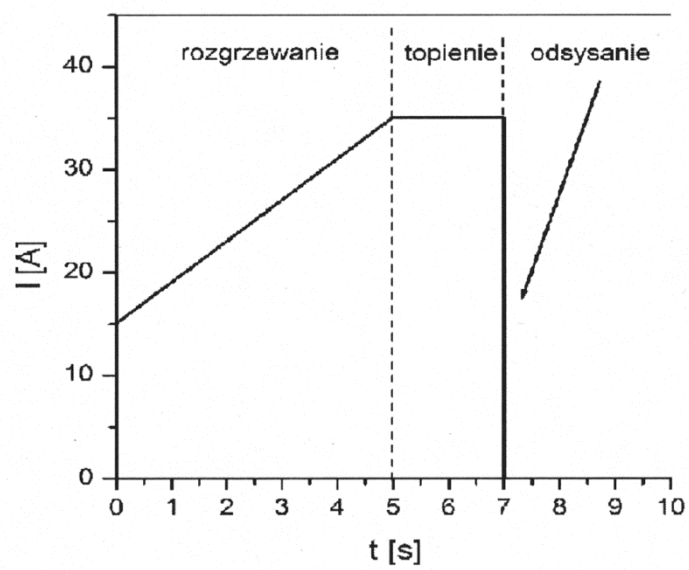


Fig. 2

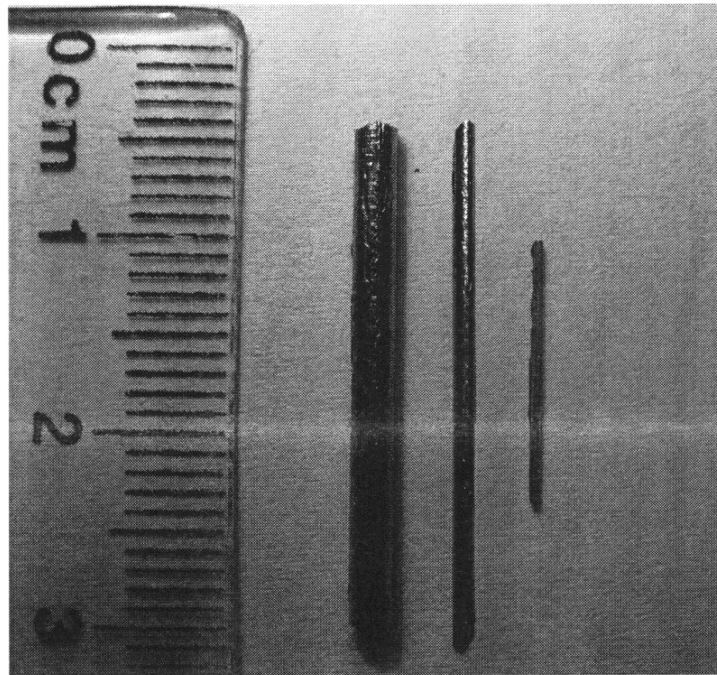


Fig. 3

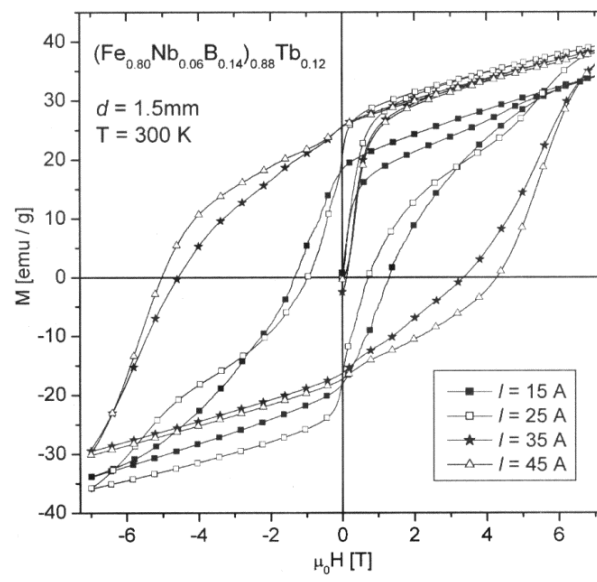


Fig. 4

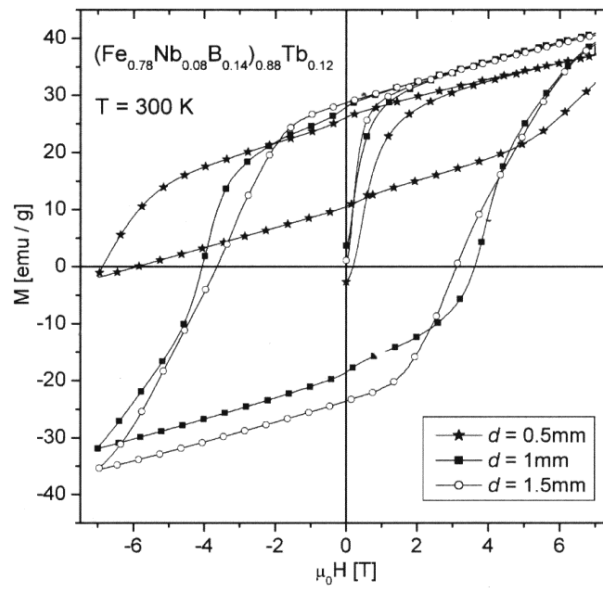


Fig. 5

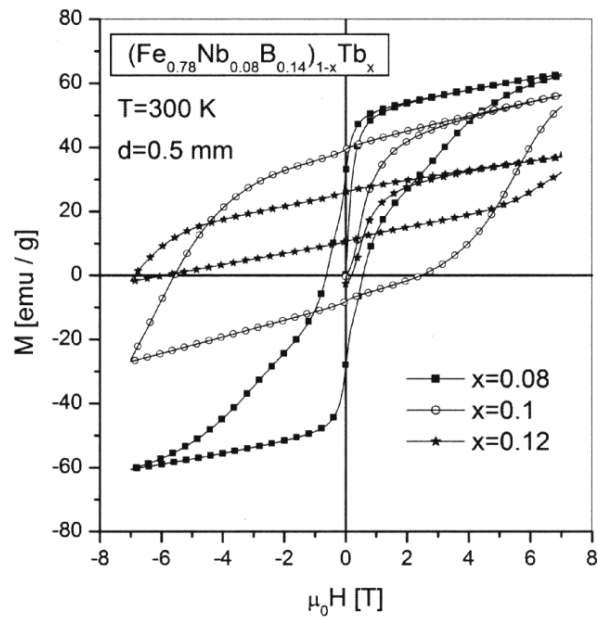


Fig.6

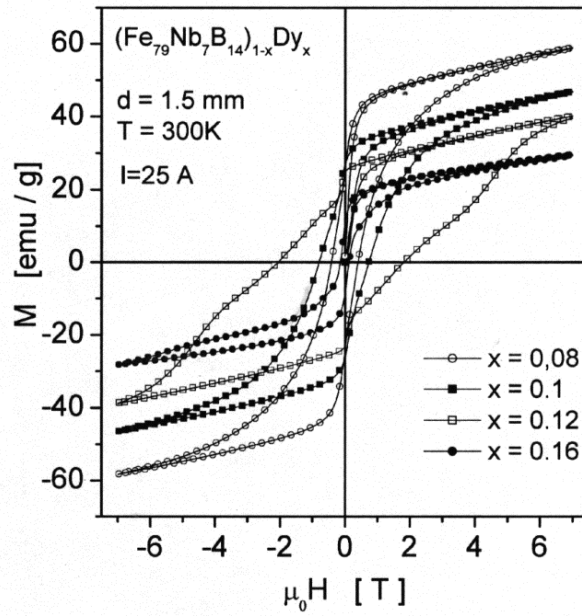


Fig. 7

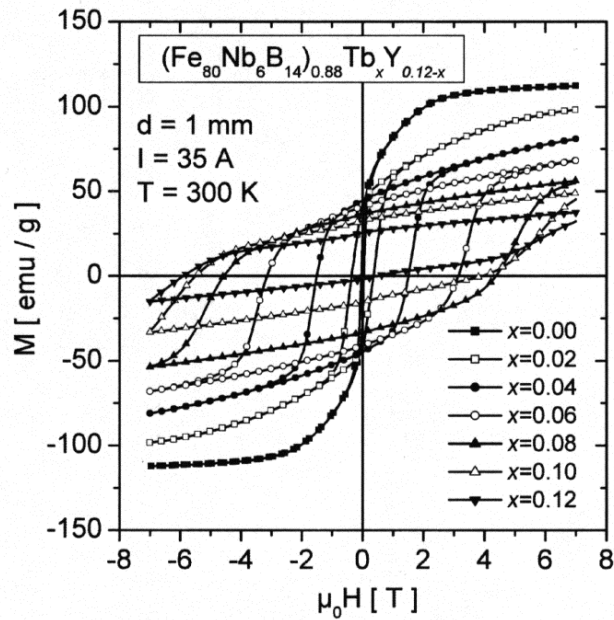


Fig.8

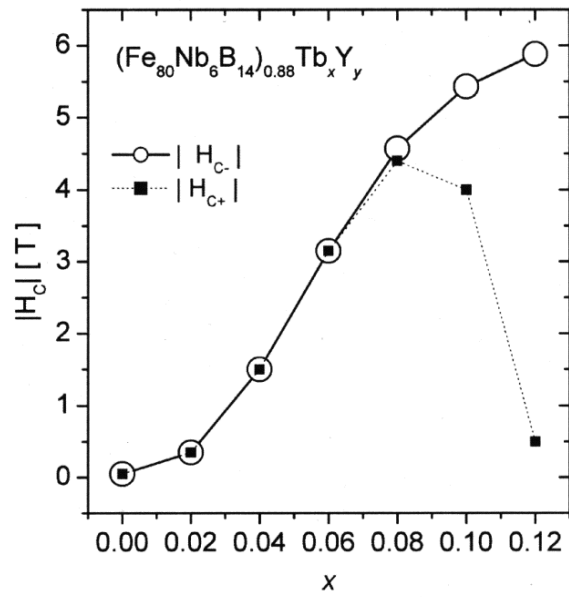


Fig.9

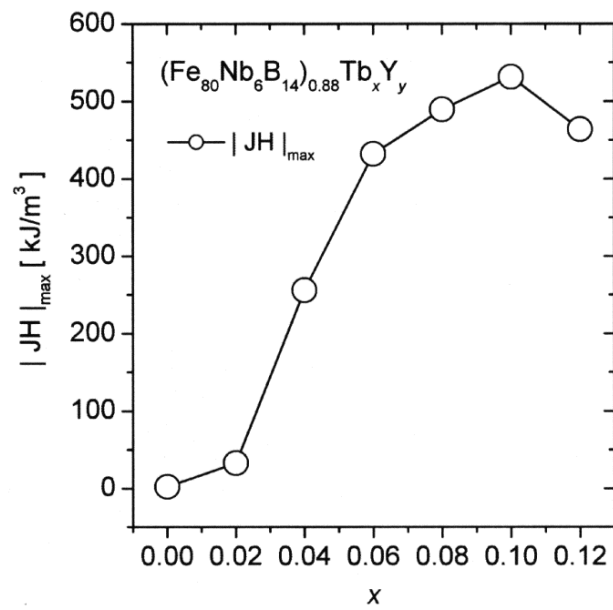


Fig.10

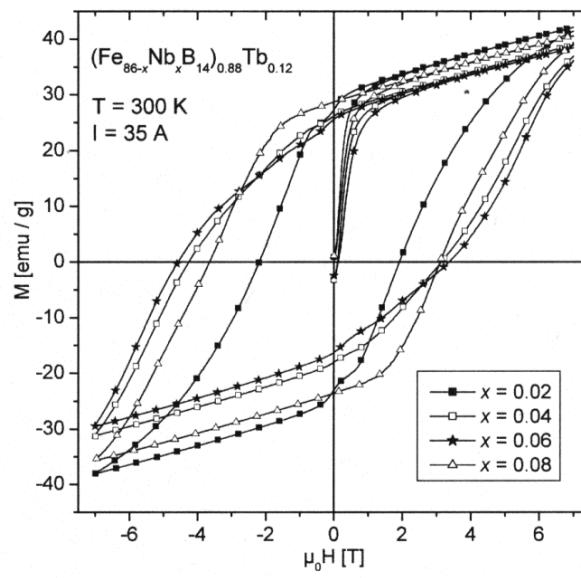


Fig.11

