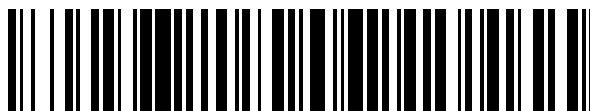


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 547 853**

51 Int. Cl.:

**H01F 1/053** (2006.01)

**B22F 3/24** (2006.01)

**H01F 1/08** (2006.01)

**H01F 41/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.01.2007 E 07706646 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.08.2015 EP 1981043**

54 Título: **Imán sinterizado de tierras raras de R-Fe-B y procedimiento para producir el mismo**

30 Prioridad:

**31.01.2006 JP 2006022997**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**09.10.2015**

73 Titular/es:

**HITACHI METALS, LIMITED (100.0%)  
2-1, SHIBAURA 1-CHOME MINATO-KU  
TOKYO 105-8614, JP**

72 Inventor/es:

**MORIMOTO, HIDEYUKI;  
ODAKA, TOMOORI y  
NOUMI, MASAO**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI, Peter**

**ES 2 547 853 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Imán sinterizado de tierras raras de R-Fe-B y procedimiento para producir el mismo

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B que incluye granos cristalinos de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  (donde R es un elemento de tierras raras) como fase principal y a un método para producir un imán de este tipo. Más particularmente, la presente invención se refiere a un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B que incluye un elemento de tierras raras ligeras RL (que es al menos uno de Nd y Pr) como elemento de tierras raras principal R y en el que una parte del elemento de tierras raras ligeras RL se reemplaza por un elemento de tierras raras pesadas RH (que es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Dy, Ho y Tb).

**Técnica anterior**

15 Un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, que incluye una fase de compuesto de tipo  $Nd_2Fe_{14}B$  como fase principal, se conoce como imán permanente con las mayores prestaciones, y se ha usado en diversos tipos de motores tales como un motor de bobina de voz (VCM) para un disco duro y un motor para un coche híbrido y en numerosos tipos de aparatos electrónicos de consumo. Cuando se usa en motores y otros diversos dispositivos, el imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B debe presentar resistencia térmica y coercitividad que sean suficientemente altas como para resistir un entorno de funcionamiento a una temperatura elevada.

20 Como medio para aumentar la coercitividad de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, puede usarse una aleación fundida, que incluye un elemento de tierras raras pesadas RH como elemento adicional. Según este método, el elemento de tierras raras ligeras RL, que se incluye como elemento de tierras raras R en una fase de  $R_2Fe_{14}B$ , se reemplaza por un elemento de tierras raras pesadas RH, y por tanto, se mejora la anisotropía magnetocristalina (que es una cantidad física que determina la coercitividad) de la fase de  $R_2Fe_{14}B$ . Sin embargo, aunque el momento magnético del elemento de tierras raras ligeras RL en la fase  $R_2Fe_{14}B$  tiene el mismo sentido que el del Fe, los momentos magnéticos del elemento de tierras raras pesadas RH y el Fe tienen sentidos mutuamente opuestos. Por este motivo, cuanto mayor es el porcentaje del elemento de tierras raras ligeras RL reemplazado por el elemento de tierras raras pesadas RH, menor será la remanencia  $B_r$ .

Ahora bien, puesto que el elemento de tierras raras pesadas RH es un recurso natural escaso, su uso preferiblemente se reduce lo más posible. Por estos motivos, no se prefiere el método en el que el elemento de tierras raras ligeras RL se reemplaza completamente por el elemento de tierras raras pesadas RH.

30 Para conseguir que la coercitividad aumentase eficazmente con la adición de una cantidad relativamente pequeña del elemento de tierras raras pesadas RH, se propuso que se añadiera una aleación o polvo de compuesto, que incluye una gran cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH, a un polvo de aleación de material de fase principal que incluye una gran cantidad del elemento de tierras raras ligeras RL y entonces que la mezcla se compactase y sinterizase. Según este método, el elemento de tierras raras pesadas RH se distribuye en una gran cantidad en las proximidades del límite de grano de la fase de  $R_2Fe_{14}B$  y, por tanto, puede mejorarse eficazmente la anisotropía magnetocristalina de la fase de  $R_2Fe_{14}B$  sobre la periferia externa de la fase principal. El imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B tiene un mecanismo de generación de coercitividad de tipo nucleación. Este es el motivo por el que si se distribuye una gran cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH sobre la periferia externa de la fase principal (es decir, cerca del propio límite de grano), se mejora la anisotropía magnetocristalina de todos los granos cristalinos, puede minimizarse la nucleación de dominios magnéticos inversos, y como resultado aumenta la coercitividad. En el núcleo de los granos cristalinos que no contribuye a aumentar la coercitividad, ningún elemento de tierras raras ligeras RL se reemplaza por el elemento de tierras raras pesadas RH. Por consiguiente, ahí también puede minimizarse la disminución en la remanencia  $B_r$ .

45 Sin embargo, si se adopta este método realmente, el elemento de tierras raras pesadas RH tiene una tasa de difusión aumentada durante el procedimiento de sinterización (que se lleva a cabo a una temperatura de 1.000°C a 1.200°C a escala industrial) y puede difundir también hasta alcanzar el núcleo de los granos cristalinos. Por este motivo, no es fácil obtener la estructura cristalina esperada.

50 Como otro método para aumentar la coercitividad de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, se deposita un metal, una aleación o un compuesto que incluye un elemento de tierras raras pesadas RH sobre la superficie del imán sinterizado y entonces se trata térmicamente y difunde. Entonces, la coercitividad podría recuperarse o aumentarse sin disminuir mucho la remanencia (véanse los documentos de patente n.<sup>os</sup> 1, 2 y 3).

55 El documento de patente n.<sup>o</sup> 1 enseña la formación de una capa de aleación de película fina, que incluye del 1,0% atómico al 50,0% atómico de al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Ti, W, Pt, Au, Cr, Ni, Cu, Co, Al, Ta y Ag y R' como el resto (que es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Ce, La, Nd, Pr, Dy, Ho y Tb), sobre la superficie de un cuerpo del imán sinterizado que va a triturarse.

El documento de patente n.º 2 da a conocer que un elemento metálico R (que es al menos un elemento de tierras raras seleccionado del grupo que consiste en Y, Nd, Dy, Pr, Ho y Tb) difunde hasta una profundidad que es al menos igual al radio de granos cristalinos expuestos sobre la superficie superior de un imán de pequeño tamaño, reparando así el daño realizado sobre la superficie mecanizada y aumentando (BH)máx.

5 El documento de patente n.º 3 da a conocer que las propiedades magnéticas podrían recuperarse depositando una película de CVD que consiste principalmente en un elemento de tierras raras sobre la superficie de un imán con un grosor de 2 mm o menos.

Documento de patente n.º 1: Publicación de solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 62-192566.

10 Documento de patente n.º 2: Publicación de solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2004-304038.

Documento de patente n.º 3: Publicación de solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2005-285859.

15 El documento JP 01-117303 se refiere a un imán basado en R-Fe-B que comprende una capa de una fuerza coercitiva intrínseca superior a la del interior del imán.

### Divulgación de la invención

#### PROBLEMAS QUE VA A RESOLVER LA INVENCION

20 Todas las técnicas dadas a conocer en los documentos de patente n.ºs 1, 2 y 3 se desarrollaron para reparar el daño realizado sobre la superficie mecanizada de un imán sinterizado. Este es el motivo por el que el elemento metálico, difundido hacia el interior desde la superficie, no puede alcanzar más allá de una región de superficie del imán sinterizado. Por este motivo, si el imán tuviera un grosor de 3 mm o más, la coercitividad apenas podría aumentarse eficazmente.

25 Los imanes para motores de EPS y HEV, que se espera que amplíen sus mercados en el futuro próximo, tienen que ser imanes sinterizados de tierras raras con un grosor de al menos 3 mm y preferiblemente 5 mm o más. Para aumentar la coercitividad de un imán sinterizado con un grosor de este tipo, es necesario desarrollar una técnica para difundir el elemento de tierras raras pesadas RH de manera eficaz por todo el interior del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B con un grosor de 3 mm o más.

30 Con el fin de superar los problemas descritos anteriormente, la presente invención tiene el objeto de proporcionar un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, en el que se usa eficazmente una pequeña cantidad de elemento de tierras raras pesadas RH y que difunda sobre la periferia externa de los granos cristalinos de la fase principal en cualquier parte en el imán, aunque el imán sea relativamente grueso.

#### MEDIOS PARA SOLUCIONAR LOS PROBLEMAS

35 El problema de la presente invención se soluciona basándose en las reivindicaciones 1 a 13. Un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B según la presente invención incluye, como fase principal, granos cristalinos de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye un elemento de tierras raras ligeras RL, que es al menos uno de Nd y Pr, como elemento de tierras raras principal R. El imán incluye además un elemento metálico M y un elemento de tierras raras pesadas RH, que se han introducido ambos desde su superficie mediante difusión intercrystalina. El elemento metálico M es al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag, y el elemento de tierras raras pesadas RH es al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Dy, Ho y Tb, y en el que el elemento de tierras raras pesadas RH difunde hasta alcanzar una profundidad de 0,5 mm o más tal como se mide desde la superficie del imán.

En una realización preferida, las concentraciones del elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH son superiores en un límite de grano que dentro de los granos cristalinos de la fase principal.

En otra realización preferida, el imán tiene un grosor de 3 mm a 10 mm.

45 En otra realización preferida, el peso del elemento de tierras raras pesadas RH representa del 0,1% al 1,0% de el del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B.

En otra realización preferida, la razón en peso M/RH del contenido del elemento metálico M con respecto al del elemento de tierras raras pesadas RH es de desde 1/100 hasta 5/1.

50 En otra realización preferida, el elemento de tierras raras ligeras RL se reemplaza por RH al menos parcialmente en las periferias externas de los granos cristalinos del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$ .

En otra realización preferida, al menos una parte de la superficie está cubierta con una capa de RH que incluye el elemento de tierras raras pesadas RH, y al menos una parte de una capa de M, que incluye el elemento metálico M, está presente entre la superficie y la capa de RH.

5 En otra realización preferida, el elemento de tierras raras pesadas RH tiene un perfil de concentración en la dirección del grosor del imán.

10 Un método para producir un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B según la presente invención incluye las etapas de: proporcionar un cuerpo de imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B que incluye, como fase principal, granos cristalinos de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye un elemento de tierras raras ligeras RL, que es al menos uno de Nd y Pr, como elemento de tierras raras principal R; depositar una capa de M, que incluye un elemento metálico M que es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag, sobre la superficie del cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B; depositar una capa de RH, que incluye un elemento de tierras raras pesadas RH que es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Dy, Ho y Tb, sobre la capa de M; y calentar el cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, difundiendo así el elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH desde la superficie del cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B más profundo dentro del imán.

15 En una realización preferida, el cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B tiene un grosor de 3 mm a 10 mm.

20 En otra realización preferida, el método incluye la etapa de ajustar el peso de la capa de RH que todavía tiene que difundir dentro del intervalo del 0,1% al 1,0% del peso del cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B.

En otra realización preferida, el método incluye la etapa de ajustar la temperatura del cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B durante la difusión dentro del intervalo de 300°C a menos de 1.000°C.

25 En otra realización preferida, las etapas de depositar la capa de M y la capa de RH se llevan a cabo mediante un procedimiento de evaporación a vacío, un procedimiento de pulverización, un procedimiento de electrodeposición de iones, un procedimiento de deposición iónica en fase de vapor (IVD), un procedimiento de deposición electroquímica en fase de vapor (EVD) o un procedimiento de inmersión.

#### EFFECTOS DE LA INVENCION

30 Según la presente invención, incluso si el cuerpo del imán sinterizado tiene un grosor de 3 mm o más, los granos cristalinos de una fase principal, que incluye un elemento de tierras raras pesadas RH a una alta concentración sobre sus periferias externas, también pueden distribuirse eficazmente dentro del cuerpo del imán sinterizado. Como resultado, puede proporcionarse un imán de altas prestaciones que tiene tanto alta remanencia como alta coercitividad parecidas.

#### Breve descripción de los dibujos

35 La figura 1(a) es una vista en sección transversal que ilustra esquemáticamente una sección transversal de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, cuya superficie está recubierta con un apilamiento de una capa de M y una capa de RH; la figura 1(b) es una vista en sección transversal que ilustra esquemáticamente una sección transversal de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, cuya superficie está recubierta con solo una capa de RH, para fines de comparación; la figura 1(c) es una vista en sección transversal que ilustra esquemáticamente la textura interna del imán mostrado en la figura 1(a) que se ha sometido a un procedimiento de difusión; y la figura 1(d) es una vista en sección transversal que ilustra esquemáticamente la textura interna del imán mostrado en la figura 1(b) que se ha sometido al procedimiento de difusión.

40 La figura 2(a) es un gráfico que muestra cómo cambió la coercitividad  $H_{cJ}$  con el grosor  $t$  de un imán sinterizado en una situación en la que una muestra que incluye una capa de Dy sobre su superficie y una muestra que no incluye una capa de Dy se trataron térmicamente a 900°C durante 30 minutos, y la figura 2(b) es un gráfico que muestra cómo cambió la remanencia  $B_r$  con el grosor  $t$  del imán sinterizado en una situación en la que tales muestras se trataron térmicamente a 900°C durante 30 minutos.

45 La figura 3(a) es una fotografía de mapeo que muestra la distribución de Dy en una muestra en la que las capas de Al y Dy se apilaron una sobre la otra y en la que se trataron térmicamente; la figura 3(b) es una fotografía de mapeo que muestra la distribución de Dy en una muestra en la que sólo se depositó una capa de Dy y que se trató térmicamente; y la figura 3(c) es un gráfico que muestra los perfiles de concentración de Dy de las muestras mostradas en las figuras 3(a) y 3(b), que se determinaron mediante un análisis de EPMA con un diámetro de haz  $\phi$  de 100  $\mu\text{m}$ .

50 La figura 4(a) es un gráfico que muestra las relaciones entre la coercitividad  $H_{cJ}$  y la temperatura de tratamiento térmico, y la figura 4(b) es un gráfico que muestra las relaciones entre la remanencia  $B_r$  y la temperatura de tratamiento térmico.

55

La figura 5 es un gráfico que muestra las relaciones entre la coercitividad  $H_{cJ}$  y el grosor de la capa de Dy.

### Mejor modo de llevar a cabo la invención

5 Un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B según la presente invención incluye un elemento metálico M y un elemento de tierras raras pesadas RH que se han introducido ambos desde la superficie de un cuerpo sinterizado mediante un procedimiento de difusión intercrystalina. En este caso, el elemento metálico M es al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag, mientras que el elemento de tierras raras pesadas RH es al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Dy, Ho y Tb.

10 El imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la presente invención se produce preferiblemente depositando una capa que incluye el elemento metálico M (que se denominará en el presente documento "capa de M") y una capa que incluye el elemento de tierras raras pesadas RH (que se denominará en el presente documento "capa de RH") en este orden sobre la superficie de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B y luego difundiendo el elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH desde la superficie del cuerpo sinterizado hacia el interior.

15 La figura 1(a) ilustra esquemáticamente una sección transversal de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, cuya superficie está recubierta con un apilamiento de una capa de M y una capa de RH. Para fines de comparación, la figura 1(b) ilustra esquemáticamente una sección transversal de un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B convencional, cuya superficie está recubierta con sólo una capa de RH.

20 El procedimiento de difusión de la presente invención se lleva a cabo calentando un cuerpo sinterizado que incluye un apilamiento de una capa de M y una capa de RH sobre la superficie. Como resultado de ese calentamiento, el elemento metálico M con un punto de fusión relativamente bajo difunde hacia el interior a través del límite de grano dentro del cuerpo sinterizado y entonces el elemento de tierras raras pesadas RH difunde a través del límite de grano dentro del cuerpo sinterizado. El elemento metálico M que comienza a difundir antes disminuye el punto de fusión de la fase de límite de grano (es decir, una fase de límite de grano rica en R), y por tanto, se promovería la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH a través del límite de grano en comparación con la situación en la que no se deposita la capa de M. Por consiguiente, el elemento de tierras raras pesadas RH puede difundir más eficazmente dentro del cuerpo sinterizado incluso a una temperatura inferior que en un imán que no incluye capa de M.

30 La figura 1(c) ilustra esquemáticamente la textura interna del imán mostrado en la figura 1(a) que se ha sometido al procedimiento de difusión, mientras que la figura 1(d) ilustra esquemáticamente la textura interna del imán mostrado en la figura 1(b) que se ha sometido al procedimiento de difusión. Tal como se ilustra esquemáticamente en la figura 1(c), el elemento de tierras raras pesadas RH ha difundido a través del límite de grano para entrar en la periferia externa de la fase principal. Por otra parte, tal como se ilustra esquemáticamente en la figura 1(d), el elemento de tierras raras pesadas RH que se ha suministrado sobre la superficie no ha difundido dentro del imán.

35 Si la difusión intercrystalina del elemento de tierras raras pesadas RH se promueve de esta manera debido a la acción del elemento metálico M, la tasa a la que el elemento de tierras raras pesadas RH difunde hacia el interior y entra dentro del imán será mayor que la tasa a la que el mismo elemento difunde y entra en la fase principal que se ubica en las proximidades de la superficie del cuerpo del imán sinterizado. Tal difusión del elemento de tierras raras pesadas RH dentro de la fase principal se denominará en el presente documento "difusión en volumen". La presencia de la capa de M hace que la difusión intercrystalina sea más preferente que la difusión en volumen, reduciendo por tanto finalmente la difusión en volumen. Según la presente invención, las concentraciones del elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH son superiores en el límite de grano que dentro de los granos cristalinos de fase principal como resultado de la difusión intercrystalina. Específicamente, según la presente invención, el elemento de tierras raras pesadas RH puede difundir fácilmente hasta alcanzar una profundidad de 0,5 mm o más tal como se mide desde la superficie del imán.

45 Según la presente invención, el tratamiento térmico para difundir el elemento metálico M se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura que es al menos igual al punto de fusión del metal M pero inferior a 1.000°C. Opcionalmente, para promover adicionalmente la difusión intercrystalina del elemento de tierras raras pesadas RH una vez que ha difundido suficientemente el metal M, puede elevarse la temperatura de tratamiento térmico hasta una temperatura incluso superior de 800°C a menos de 1.000°C, por ejemplo.

50 Para realizar un tratamiento térmico de este tipo, el elemento de tierras raras ligeras RL incluido en los granos cristalinos de fase principal de  $R_2Fe_{14}B$  puede reemplazarse parcialmente con el elemento de tierras raras pesadas RH que ha difundido desde la superficie del cuerpo sinterizado, y puede formarse una capa que incluye el elemento de tierras raras pesadas RH a una concentración relativamente alta (con un grosor de 1 nm, por ejemplo) sobre la periferia externa de la fase principal de  $R_2Fe_{14}B$ .

55 El imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B tiene un mecanismo de generación de coercitividad de tipo nucleación. Por tanto, si se aumenta la anisotropía magnetocristalina sobre la periferia externa de una fase principal, puede reducirse la nucleación de dominios magnéticos inversos en las proximidades de la fase de límite de grano que rodea a la fase principal. Como resultado, puede aumentarse eficazmente la coercitividad  $H_{cJ}$  de la fase principal

como un todo. Según la presente invención, la capa de reemplazo de tierras raras pesadas puede formarse sobre la periferia externa de la fase principal no sólo en una región de superficie del cuerpo del imán sinterizado sino también en lo más profundo del imán. Por consiguiente, la anisotropía magnetocristalina puede aumentarse en todo el imán y la coercitividad  $H_{cJ}$  de la totalidad del imán aumenta suficientemente. Por tanto, según la presente invención, aunque la cantidad consumida del elemento de tierras raras pesadas RH sea pequeña, el elemento de tierras raras pesadas RH todavía puede difundir y penetrar en lo más profundo del cuerpo sinterizado. Y mediante la formación eficaz de  $RH_2Fe_{14}B$  sobre la periferia externa de la fase principal, la coercitividad  $H_{cJ}$  puede aumentarse con la disminución en remanencia  $B_r$  minimizada.

Debe observarse que la anisotropía magnetocristalina de  $Tb_2Fe_{14}B$  es más alta que la de  $Dy_2Fe_{14}B$  y es aproximadamente tres veces superior a la de  $Nd_2Fe_{14}B$ . Por este motivo, el elemento de tierras raras pesadas RH que va a reemplazar al elemento de tierras raras ligeras RL sobre la periferia externa de la fase principal es preferiblemente Tb en vez de Dy.

Tal como puede observarse fácilmente a partir de la descripción anterior, según la presente invención, no hay necesidad de añadir el elemento de tierras raras pesadas RH a la aleación de material. Es decir, se proporciona un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B conocido, que incluye un elemento de tierras raras ligeras RL (que es al menos uno de Nd y Pr) como elemento de tierras raras R, y un metal de bajo punto de fusión y un elemento de tierras raras pesadas difunden hacia el interior desde la superficie del imán. Si sólo se formara la capa de tierras raras pesadas convencional sobre la superficie del imán, sería difícil difundir el elemento de tierras raras pesadas hacia lo más profundo del imán incluso a una temperatura de difusión elevada. Sin embargo, según la presente invención, difundiendo antes un metal de bajo punto de fusión tal como Al, puede promoverse la difusión intercrystalina del elemento de tierras raras pesadas RH. Como resultado, también puede suministrarse eficazmente el elemento de tierras raras pesadas hacia la periferia externa de la fase principal ubicada en lo más profundo del imán.

Según los resultados de experimentos que llevaron a cabo los presentes inventores, la razón en peso M/RH de la capa de M con respecto a la capa de RH sobre la superficie del cuerpo del imán sinterizado se encuentra preferiblemente dentro del intervalo de 1/100 a 5/1, más preferiblemente desde 1/20 hasta 2/1. Mediante el ajuste de la razón en peso dentro de un intervalo de este tipo, el metal M puede promover eficazmente la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH. Como resultado, el elemento de tierras raras pesadas RH puede difundir eficazmente dentro del imán y puede aumentarse eficazmente la coercitividad.

El peso de la capa de RH depositada sobre la superficie del cuerpo del imán sinterizado, es decir, el peso total del elemento de tierras raras pesadas RH incluido en el imán, se ajusta preferiblemente para representar del 0,1% en peso al 1% en peso de todo el imán. Se prefiere este intervalo por los siguientes motivos. Específicamente, si el peso de la capa de RH fuera inferior al 0,1% en peso del imán, la cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH sería demasiado pequeña como para difundir. Este es el motivo por el que si el imán se hiciera más grueso, el elemento de tierras raras pesadas RH no podría difundir hacia la periferia externa de cada fase principal incluida en el imán. Por otra parte, si el peso de la capa de RH superara el 1% en peso del imán, entonces el elemento de tierras raras pesadas RH estaría en exceso de la cantidad necesaria para formar una capa concentrada de RH sobre la periferia externa de la fase principal. Además, si se suministrara una cantidad excesiva de elemento de tierras raras pesadas RH, entonces RH difundiría y entraría en la fase principal para disminuir posiblemente la remanencia  $B_r$ .

Según la presente invención, aunque si el imán tiene un grosor de 3 mm o más, la remanencia  $B_r$  y la coercitividad  $H_{cJ}$  del imán pueden aumentarse ambas añadiendo una cantidad muy pequeña de elemento de tierras raras pesadas RH y puede proporcionarse un imán de altas prestaciones con propiedades magnéticas que nunca se deterioran ni siquiera a altas temperaturas. Un imán de altas prestaciones de este tipo contribuye significativamente a producir un motor de alta potencia ultrapequeño. Los efectos de la presente invención que utilizan la difusión intercrystalina se logran de manera particularmente significativa en un imán con un grosor de 10 mm o menos.

A continuación en el presente documento, se describirá una realización preferida de un método para producir un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B según la presente invención.

#### *Aleación de material*

En primer lugar, se proporciona una aleación que incluye del 25% en masa al 40% en masa de un elemento de tierras raras ligeras RL, del 0,6% en masa al 1,6% en masa de B (boro) y Fe y que inevitablemente contiene impurezas como el resto. Una parte de B puede reemplazarse por C (carbono) y una parte (el 50% atómico o menos) de Fe puede reemplazarse por otro elemento de metal de transición tal como Co o Ni. Para diversos fines, esta aleación puede contener de aproximadamente el 0,01% en masa a aproximadamente el 1,0% en masa de al menos un elemento de aditivo que se selecciona del grupo que consiste en Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, Hf, Ta, W, Pb y Bi.

Una aleación de este tipo se obtiene preferiblemente enfriando bruscamente una masa fundida de una aleación de material mediante un procedimiento de colada en bandas, por ejemplo. A continuación en el presente documento, se

describirá un método de obtención de una aleación solidificada rápidamente mediante un procedimiento de colada en bandas.

5 En primer lugar, se funde una aleación de material con la composición descrita anteriormente mediante un procedimiento de calentamiento por inducción dentro de una atmósfera de argón para obtener una masa fundida de la aleación de material. A continuación, esta masa fundida se mantiene caliente a aproximadamente 1.350°C y luego se enfría bruscamente mediante un procedimiento de rodillo único, obteniendo de ese modo un bloque de aleación de tipo escama con un grosor de aproximadamente 0,3 mm. Entonces, se pulveriza el bloque de aleación así obtenido dando lugar a escamas con un tamaño de 1 mm a 10 mm antes de someterse al siguiente procedimiento de pulverización de hidrógeno. Un método de este tipo de obtención de una aleación de material mediante un procedimiento de colada en bandas se da a conocer en la patente estadounidense n.º 5.383.978, por ejemplo.

#### *Procedimiento de pulverización gruesa*

15 A continuación, el bloque de aleación de material que se ha pulverizado de manera gruesa dando lugar a escamas se carga en un horno de hidrógeno y entonces se somete a un procedimiento de decrepitación de hidrógeno (que en ocasiones se denominará en el presente documento "procedimiento de pulverización de hidrógeno") dentro del horno de hidrógeno. Cuando el procedimiento de pulverización de hidrógeno ha finalizado, el polvo de aleación pulverizado de manera gruesa se descarga preferiblemente del horno de hidrógeno en una atmósfera inerte para no exponerse al aire. Esto debe evitar que el polvo pulverizado de manera gruesa se oxide o que genere calor y mejoraría finalmente las propiedades magnéticas del imán resultante.

20 Como resultado de este procedimiento de pulverización de hidrógeno, la aleación de tierras raras se pulveriza hasta tamaños de aproximadamente 0,1 mm a varios milímetros con un tamaño medio de partícula de 500 µm o menos. Tras la pulverización de hidrógeno, la aleación de material decrepitado se tritura adicionalmente de manera preferible hasta obtener tamaños más finos y se enfría. Si la aleación de material descargada todavía tiene una temperatura relativamente alta, entonces la aleación debe enfriarse durante un tiempo más largo.

#### *Procedimiento de pulverización fina*

25 A continuación, el polvo pulverizado de manera gruesa se pulveriza de manera fina con una máquina de pulverización de molino de chorro. Se conecta un clasificador de ciclón a la máquina de pulverización de molino de chorro para su uso en esta realización preferida. La máquina de pulverización de molino de chorro se alimenta con la aleación de tierras raras que se ha pulverizado de manera gruesa en el procedimiento de pulverización gruesa (es decir, el polvo pulverizado de manera gruesa) y se obtiene el polvo pulverizado adicionalmente mediante su pulverizador. El polvo, que se ha pulverizado mediante el pulverizador, se recoge entonces en un tanque de recogida mediante el clasificador de ciclón. De esta manera, puede obtenerse un polvo pulverizado de manera fina con tamaños de aproximadamente 0,1 µm a aproximadamente 20 µm (normalmente de 3 µm a 5 µm). La máquina de pulverización para su uso en un procedimiento de pulverización fina de este tipo no tiene que ser un molino de chorro sino que también puede ser una moledora o un molino de bolas. Opcionalmente, puede añadirse un lubricante tal como estearato de zinc como ayuda para el procedimiento de pulverización.

#### *Procedimiento de compactación en prensa*

40 En esta realización preferida, se añade el 0,3% en peso de lubricante al polvo magnético obtenido mediante el método descrito anteriormente y entonces se mezclan en una mezcladora basculante, recubriendo de ese modo la superficie de las partículas de polvo de aleación con el lubricante. A continuación, el polvo magnético preparado mediante el método descrito anteriormente se compacta bajo un campo magnético de alineación usando una prensa conocida. El campo magnético de alineación que va a aplicarse puede tener una fuerza de 1,5 a 1,7 tesla (T), por ejemplo. Además, la presión de compactación se ajusta de manera que la pieza compacta verde tenga una densidad en verde de aproximadamente 4 g/cm<sup>3</sup> a aproximadamente 4,5 g/cm<sup>3</sup>.

#### *Procedimiento de sinterización*

45 La pieza compacta en polvo descrita anteriormente se somete preferiblemente de manera secuencial al procedimiento de mantener la pieza compacta a una temperatura de 650°C a 1.000°C durante de 10 a 240 minutos y luego al procedimiento de sinterización adicional de la pieza compacta a una temperatura superior (de 1.000°C a 1.200°C, por ejemplo) a la de en el procedimiento de mantenimiento. En particular, cuando se produce una fase líquida durante el procedimiento de sinterización (es decir, cuando la temperatura está en el intervalo de 650°C a 1.000°C), la fase rica en R en el límite de grano comienza a fundirse para producir la fase líquida. Después de eso, el procedimiento de sinterización avanza para formar un imán sinterizado finalmente. El imán sinterizado puede someterse a un tratamiento de envejecimiento (a una temperatura de 500°C a 1.000°C) si es necesario.

#### *Procedimiento de difusión de metal*

55 A continuación, una capa del metal M y una capa del elemento de tierras raras pesadas RH se apilan en este orden sobre la superficie del imán sinterizado así obtenido. Para permitir que el metal M realice la función de promover la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH y hacer que el elemento difunda y permee más profundo hacia el

interior del imán de manera más eficaz para lograr el efecto de aumentar la coercitividad, estas capas de metal se depositan preferiblemente hasta grosores tales que producirían la razón en peso descrita anteriormente.

5 La capa de metal puede formarse mediante cualquier procedimiento de deposición. Por ejemplo, puede adoptarse una de diversas técnicas de deposición de película fina tales como un procedimiento de evaporación a vacío, un procedimiento de pulverización, un procedimiento de electrodeposición de iones, un procedimiento de deposición iónica en fase de vapor (IVD), un procedimiento de deposición electroquímica en fase de vapor (EVD) y un procedimiento de inmersión.

10 Para difundir el elemento metálico desde la capa de metal más profundo dentro del imán, el tratamiento térmico puede llevarse a cabo en dos fases tal como se describió anteriormente. Es decir, en primer lugar, el imán puede calentarse hasta una temperatura que es superior al punto de fusión del metal M para promover la difusión del metal M preferentemente. Tras esto, el tratamiento térmico puede realizarse para producir la difusión intercrystalina del elemento de tierras raras pesadas RH.

15 La figura 2 es un gráfico que muestra cómo cambiaron la remanencia  $B_r$  y la coercitividad  $H_{cJ}$  con el grosor del imán en una situación en la que sólo se formó una capa de Dy (con un grosor de  $2,5 \mu\text{m}$ ) mediante un procedimiento de pulverización sobre la superficie de un imán sinterizado y se trató térmicamente a  $900^\circ\text{C}$  durante 30 minutos. Tal como puede observarse a partir de la figura 2, cuando el imán tenía un grosor pequeño de menos de 3 mm, la coercitividad  $H_{cJ}$  aumentó suficientemente. Sin embargo, cuanto más grueso es el imán, menos eficazmente aumenta la coercitividad  $H_{cJ}$ . Esto se debe a que Dy tiene una distancia de difusión corta. Es decir, cuanto más grueso es el imán sinterizado, mayor es el porcentaje de la parte donde el reemplazo por Dy era incompleto.

20 Por otra parte, según la presente invención, se promueve la difusión intercrystalina del elemento de tierras raras pesadas RH mediante el uso de al menos un elemento metálico M que se selecciona del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag. Este es el motivo por el que el elemento de tierras raras pesadas RH puede permear más profundo hacia el interior del imán grueso y pueden mejorarse las prestaciones del imán incluso a una temperatura de difusión inferior.

25 A continuación en el presente documento, se describirán ejemplos específicos de la presente invención.

### Ejemplos

#### EJEMPLO 1

30 Se fundió un lingote de aleación que se había preparado para tener una composición que consistía en el 14,6% atómico de Nd, el 6,1% atómico de B, el 1,0% atómico de Co, el 0,1% atómico de Cu, el 0,5% atómico de Al y Fe como el resto mediante una máquina de colada en bandas y luego se enfrió y se solidificó, obteniendo de ese modo escamas de aleación finas con grosores de 0,2 mm a 0,3 mm.

35 A continuación, se cargó un recipiente con esas escamas de aleación finas y luego se introdujo en un horno para una absorción de hidrógeno, que se llenó con una atmósfera de gas hidrógeno a una presión de 500 kPa. De esta manera, el hidrógeno quedó ocluido dentro de las escamas de aleación finas a temperatura ambiente y luego se liberó. Mediante la realización de un procedimiento con hidrógeno de este tipo, las escamas de aleación se decrepitaron para obtener un polvo en formas indefinidas con tamaños de aproximadamente 0,15 mm a aproximadamente 0,2 mm.

40 Después de eso, se añadió el 0,05% en peso de estearato de zinc al polvo pulverizado de manera gruesa obtenido mediante el procedimiento con hidrógeno y entonces se pulverizó la mezcla con un molino de chorro para obtener un polvo fino con un tamaño de aproximadamente  $4 \mu\text{m}$ .

45 El polvo fino así obtenido se compactó con una prensa para lograr una pieza compacta de polvo. Más específicamente, las partículas de polvo se prensaron y se compactaron mientras se alineaban con un campo magnético aplicado. Después de eso, se descargó la pieza compacta de polvo de la prensa y entonces se sometió a un procedimiento de sinterización a  $1.020^\circ\text{C}$  durante cuatro horas en un horno de vacío, obteniendo así bloques sinterizados, que entonces se mecanizaron y se cortaron para dar cuerpos de imán sinterizado con un grosor de 3 mm, una longitud de 10 mm y una anchura de 10 mm.

Posteriormente, se depositó una capa de metal sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado usando un aparato de pulverización de magnetrón. Específicamente, se llevaron a cabo las siguientes etapas de procedimiento.

50 En primer lugar, se evacuó la cámara de deposición del aparato de pulverización para reducir su presión hasta  $6 \times 10^{-4}$  Pa, y entonces se suministró gas Ar de alta pureza manteniéndose su presión at 1 Pa. A continuación, se aplicó una energía de RF de 300 W entre los electrodos de la cámara de deposición, realizando de ese modo un procedimiento de pulverización inverso sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado durante cinco minutos. Este procedimiento de pulverización inverso se llevó a cabo para limpiar la superficie de los cuerpos de imán sinterizado eliminando una película de óxido natural de la superficie de los imanes.



Posteriormente, se aplicaron una energía de CC de 500 W y una energía de RF de 30 W entre los electrodos de la cámara de deposición, produciendo de ese modo la pulverización sobre la superficie de un objetivo de Al y depositando una capa de Al hasta un grosor de 1,0  $\mu\text{m}$  sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado. Después de eso, se produce la pulverización sobre la superficie de un objetivo de Dy en la misma cámara de deposición, depositando de ese modo una capa de Dy hasta un grosor de 4,5  $\mu\text{m}$  sobre la capa de Al.

A continuación, se sometieron los cuerpos de imán sinterizado, incluyendo el apilamiento de estas capas de metal sobre la superficie, a un procedimiento de tratamiento térmico de primera fase a 680°C durante 30 minutos, y a un procedimiento de tratamiento térmico de segunda fase a 900°C durante 60 minutos, de manera continua dentro de una atmósfera de presión reducida de  $1 \times 10^{-2}$  Pa. Estos procedimientos de tratamiento térmico se llevaron a cabo para difundir los elementos metálicos desde el apilamiento de las capas de metal hacia lo más profundo de los cuerpos de imán sinterizado a través del límite de grano. Después de eso, se sometieron los cuerpos de imán sinterizado a un tratamiento de envejecimiento a 500°C durante dos horas para obtener una muestra que representa un primer ejemplo específico de la presente invención. Mientras, también se obtuvieron muestras que representan ejemplos comparativos primero a tercero. El procedimiento de fabricación de los ejemplos comparativos primero a tercero fue diferente de el del primer ejemplo específico de la presente invención porque se omitieron la etapa de procedimiento de depositar la capa de Al y el procedimiento de tratamiento térmico a 680°C durante 30 minutos. Los propios ejemplos comparativos primero a tercero fueron diferentes en el grosor de la capa de Dy (es decir, la cantidad de Dy añadida).

Se magnetizaron estas muestras con un campo de magnetización pulsado con una fuerza de 3 MA/m y luego se midieron sus propiedades magnéticas usando un trazador de BH. Las propiedades magnéticas (incluyendo remanencia  $B_r$  y coercitividad  $H_{cJ}$ ) de los ejemplos comparativos primero a tercero y el primer ejemplo específico de la presente invención así medidas se muestran en la tabla 1 a continuación.

Tabla 1

	Dimensiones del imán (mm) 10x10x10	1ª capa (capa de M) mediante pulverización		2ª capa (capa de RH) mediante pulverización		$B_r$ (T)	$H_{cJ}$ (MA/m)
		Elemento	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Elemento	Grosor ( $\mu\text{m}$ )		
Ej. comp. 1	3,0					1,40	1,00
Ej. comp. 2	3,0			Dy	4,5	1,38	1,32
Ej. comp. 3	3,0			Dy	7,5	1,37	1,37
Ej. 1	3,0	Al	1,0	Dy	4,5	1,39	1,41

Tal como queda claro a partir de los resultados mostrados en la tabla 1, el primer ejemplo específico de la presente invención, que incluye la capa de Al bajo la capa de Dy, mostró alta coercitividad  $H_{cJ}$ , que aumentó en el 40% en comparación con la del primer ejemplo comparativo que sólo se había sometido al tratamiento de envejecimiento, y tenía solo una remanencia  $B_r$  ligeramente disminuida. También se confirmó que la coercitividad  $H_{cJ}$  del primer ejemplo específico era superior que la del segundo ejemplo comparativo en la que sólo se depositó la capa de Dy y difundió sin capa de Al. Asimismo, la coercitividad  $H_{cJ}$  del primer ejemplo específico también fue superior a la del tercer ejemplo comparativo en la que se depositó una capa de Dy más gruesa sin capa de Al.

Los presentes inventores creen que estos efectos beneficiosos se lograron porque mediante la formación y difusión de antemano de la capa de Al, se promovió la difusión intercrystalina de Dy y Dy permeó a través del límite de grano hacia lo más profundo del imán.

La figura 3(a) es una fotografía de mapeo que muestra la distribución de concentración de Dy en una muestra en la que se apilaron una capa de Al (con un grosor de 1,0  $\mu\text{m}$ ) y una capa de Dy (con un grosor de 4,5  $\mu\text{m}$ ) una sobre la otra y que se trató térmicamente a 900°C durante 120 minutos. Por otra parte, la figura 3(b) es una fotografía de mapeo que muestra la distribución de concentración de Dy en una muestra en la que sólo se depositó una capa de Dy hasta un grosor de 4,5  $\mu\text{m}$  y que se trató térmicamente a 900°C durante 120 minutos. En las figuras 3 (a) y 3(b), la superficie del imán está ubicada en el lado izquierdo y los puntos blandos indican la presencia de Dy. Tal como puede observarse fácilmente comparando las figuras 3(a) y 3(b) entre sí, en la muestra que no incluye capa de Al, Dy está presente de manera densa en las proximidades de la superficie del imán en el lado izquierdo de la foto mostrada en la figura 3(b). Esto debe ser porque no se promovió la difusión intercrystalina y se produjo significativamente difusión en volumen. La difusión en volumen disminuiría la remanencia  $B_r$ .

La figura 3(c) es un gráfico que muestra los perfiles de concentración de Dy de las muestras mostradas en las figuras 3(a) y 3(b), que se determinaron mediante un análisis de EPMA con un diámetro de haz  $\phi$  de 100  $\mu\text{m}$ , un voltaje de aceleración de 25 kV y una corriente de haz de 200 nA. En el gráfico mostrado en la figura 3(c), los datos ● se recogieron a partir de la muestra mostrada en la figura 3(a), mientras que los datos ○ se recogieron a partir de

la muestra mostrada en la figura 3(b). Tal como puede observarse a partir de estos perfiles de concentración, Dy difundió hacia ubicaciones más profundas en la muestra que incluye la capa de Al (con un grosor de 1,0 μm).

5 La figura 4(a) es un gráfico que muestra las relaciones entre la coercitividad  $H_{cJ}$  y la temperatura de tratamiento térmico (es decir, la temperatura del procedimiento de tratamiento térmico de segunda fase si el tratamiento térmico se llevó a cabo en dos fases) para una muestra que incluye el apilamiento de la capa de Al (con un grosor de 1,0 μm) y la capa de Dy (con un grosor de 2,5 μm) y otra muestra que sólo incluye la capa de Dy (con un grosor de 2,5 μm). La figura 4(b) es un gráfico que muestra las relaciones entre la remanencia  $B_r$  y la temperatura de tratamiento térmico (ditto) para estas dos muestras. Tal como puede observarse a partir de estos gráficos, aunque el tratamiento térmico para difundir Dy se llevara a cabo a una temperatura inferior, la muestra que incluye la capa de Al todavía lograría alta coercitividad  $H_{cJ}$ .

10 EJEMPLOS 2 a 6

En primer lugar, mediante la realización de las mismas etapas del procedimiento de fabricación que las del primer ejemplo específico descrito anteriormente, se obtuvieron varios cuerpos de imán sinterizado con un grosor de 5 mm, una longitud de 10 mm y una anchura de 10 mm. A continuación, sobre cada uno de estos cuerpos de imán sinterizado, se depositó una capa de Al, Bi, Zn, Ag o Sn hasta un grosor de 2 μm, 0,6 μm, 1,0 μm, 0,5 μm o 1,0 μm, respectivamente, mediante un procedimiento de pulverización.

Después de eso, sobre cada uno de estos cuerpos de imán sinterizado que incluyen una de estas capas de metal, se depositó una capa de Dy hasta un grosor de 8,0 μm mediante un procedimiento de pulverización. Es decir, cada muestra incluía una capa de uno de los cinco metales Al, Bi, Zn, Ag y Sn (es decir, la capa de M) entre la capa de Dy y el cuerpo del imán sinterizado.

20 A continuación, los cuerpos de imán sinterizado, que incluyen el apilamiento de estas capas de metal sobre la superficie, se sometieron a un procedimiento de tratamiento térmico de primera fase a una temperatura de 300°C a 800°C durante 30 minutos, y a un procedimiento de tratamiento térmico de segunda fase a 900°C durante 60 minutos, de manera continua dentro de una atmósfera a presión reducida de  $1 \times 10^{-2}$  Pa. Estos procedimientos de tratamiento térmico se llevaron a cabo para difundir los elementos metálicos desde el apilamiento de las capas de metal hacia lo más profundo de los cuerpos de imán sinterizado a través del límite de grano. Después de eso, los cuerpos de imán sinterizado se sometieron a un tratamiento de envejecimiento a 500°C durante dos horas para obtener muestras que representan ejemplos específicos segundo a sexto de la presente invención. Se magnetizaron estas muestras con un campo de magnetización pulsado con una fuerza de 3 MA/m y luego se midieron sus propiedades magnéticas usando un trazador de BH.

30 Tabla 2

	Dimensiones del imán (mm) 10x10xt	1ª capa (capa de M) mediante pulverización		2ª capa (capa de RH) mediante pulverización		Br (T)	$H_{cJ}$ (MA/m)
		Elemento	Grosor (μm)	Elemento	Grosor (μm)		
Ej. comp. 4	5,0			Dy	8	1,37	1,27
Ej. 2	5,0	Al	2,0	Dy	8	1,39	1,40
Ej. 3	5,0	Bi	0,6	Dy	8	1,39	1,36
Ej. 4	5,0	Zn	1,0	Dy	8	1,38	1,32
Ej. 5	5,0	Ag	0,5	Dy	8	1,40	1,39
Ej. 6	5,0	Sn	1,0	Dy	8	1,38	1,34

35 Tal como queda claro a partir de los resultados mostrados en la tabla 2, las coercitividades  $H_{cJ}$  de los ejemplos específicos segundo a sexto de la presente invención fueron superiores a la del cuarto ejemplo comparativo en el que sólo difundió Dy sin ninguna de esas capas de metal interpuestas. Esto se debe a que al proporcionar la capa de metal de Al, Bi, Zn, Ag o Sn, se promovió la difusión de Dy y Dy pudo permear y llegar más profundo dentro del imán.

EJEMPLO 7

40 En primer lugar, como en el primer ejemplo específico descrito anteriormente, se obtuvieron varios cuerpos de imán sinterizado con un grosor de 8 mm, una longitud de 10 mm y una anchura de 10 mm. En comparación con los ejemplos primero a sexto descritos anteriormente, los cuerpos de imán sinterizado de este séptimo ejemplo específico de la presente invención tenían un grosor mayor de 8 mm.

A continuación, se depositó una capa de metal sobre la superficie de estos cuerpos de imán sinterizado usando un sistema de evaporación por haz de electrones. Específicamente, se llevaron a cabo las siguientes etapas de procedimiento.

5 En primer lugar, se evacuó la cámara de deposición del sistema de evaporación por haz de electrones para reducir su presión hasta  $5 \times 10^{-3}$  Pa, y entonces se le suministró gas Ar de alta pureza manteniéndose su presión a 0,2 Pa. A continuación, se aplicó un voltaje de CC 0,3 kV entre los electrodos de la cámara de deposición, realizando de ese modo un procedimiento de bombardeo iónico sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado durante cinco minutos. Este procedimiento de bombardeo iónico se llevó a cabo para limpiar la superficie de los cuerpos de imán sinterizado eliminando una película de óxido natural de la superficie de los imanes.

10 Posteriormente, se redujo la presión en la cámara de deposición hasta  $1 \times 10^{-3}$  Pa y luego se llevó a cabo un procedimiento de evaporación a vacío a una potencia de haz de 1,2 A (10 kV), depositando de ese modo una capa de Al hasta un grosor de 3,0  $\mu\text{m}$  sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado. Después de eso, se depositó una capa de Dy de manera similar hasta un grosor de 10,0  $\mu\text{m}$  sobre la capa de Al a una potencia de haz de 0,2 A (10 kV). Posteriormente, se sometieron los cuerpos de imán al mismo tratamiento térmico que en el primer ejemplo específico descrito anteriormente, obteniendo de ese modo una muestra que representa el séptimo ejemplo específico de la presente invención.

15 El procedimiento de fabricación del quinto ejemplo comparativo fue diferente del séptimo ejemplo específico de la presente invención porque se omitieron la etapa de procedimiento de depositar la capa de Al y el procedimiento de tratamiento térmico a 680°C durante 30 minutos.

20 Se magnetizaron estas muestras con un campo de magnetización pulsado con una fuerza de 3 A/m y luego se midieron sus propiedades magnéticas usando un trazador de BH. Las propiedades magnéticas (incluyendo remanencia  $B_r$  y coercitividad  $H_{cJ}$ ) del quinto ejemplo comparativo y el séptimo ejemplo específico de la presente invención así medidas se muestran en la tabla 3 a continuación.

Tabla 3

	Dimensiones del imán (mm) 10x10xt	1ª capa (capa de M) mediante evaporación EB		2ª capa (capa de RH) mediante evaporación EB		Br (T)	$H_{cJ}$ (MA/m)
		Elemento	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Elemento	Grosor ( $\mu\text{m}$ )		
Ej. comp. 5	8,0			Dy	10	1,38	1,22
Ej. 7	8,0	Al	3.0	Dy	10	1,39	1,37

Tal como queda claro a partir de los resultados mostrados en la tabla 3, incluso el cuerpo del imán con un grosor de 8 mm logró alta coercitividad  $H_{cJ}$  porque el Al promovió la difusión intercrystalina de Dy e hizo que Dy permeara hacia lo más profundo del imán.

25 La figura 5 es un gráfico que muestra las relaciones entre la cantidad de Dy introducida desde la superficie de un imán con un grosor t de 3 mm mediante la difusión intercrystalina y la coercitividad  $H_{cJ}$ . Tal como puede observarse a partir de la figura 5, al proporcionar la capa de Al, se logra el mismo grado de coercitividad  $H_{cJ}$  mediante un grosor más pequeño de capa de Dy, lo que contribuiría no sólo al uso de un elemento de tierras raras pesadas RH que es un recurso natural escaso de manera más eficaz sino también a una reducción del coste del procedimiento de fabricación.

30 Tal como se describió anteriormente, los presentes inventores confirmaron que al llevar a cabo un procedimiento de difusión con una capa de un metal de bajo punto de fusión tal como Al interpuesta entre la capa de Dy, un elemento de tierras raras pesadas y el imán sinterizado, se promovió la difusión intercrystalina de Dy. Como resultado, puede hacerse avanzar la difusión de Dy, y Dy puede permear hacia lo más profundo del imán, a una temperatura de tratamiento térmico inferior a las convencionales. Por consiguiente, puede aumentarse la coercitividad  $H_{cJ}$  con la disminución en la remanencia  $B_r$  debido a la presencia de Al minimizada. De esta manera, puede aumentarse la coercitividad  $H_{cJ}$  de un imán grueso como un todo mientras que se reduce la cantidad de Dy que debe usarse.

35 Debe observarse que, según la presente invención, el elemento de tierras raras pesadas RH tiene un perfil de concentración en la dirección del grosor (es decir, dirección de difusión). Un perfil de concentración de este tipo nunca se produciría en un procedimiento convencional en el que se añade un elemento de tierras raras pesadas RH o bien mientras que está fundiéndose la aleación o bien una vez pulverizada la aleación dando lugar a polvo.

Opcionalmente, para aumentar la resistencia a la intemperie del imán, la capa del elemento de tierras raras pesadas RH puede recubrirse con una capa de Al o Ni sobre su superficie externa.

**Aplicabilidad industrial**

45 Según la presente invención, aunque el cuerpo del imán sinterizado tenga un grosor de 3 mm o más, pueden formarse eficazmente granos cristalinos de fase principal, en los que un elemento de tierras raras pesadas RH está presente a una alta concentración en su periferia externa, incluso dentro del cuerpo del imán sinterizado,

proporcionando por tanto un imán de altas prestaciones tanto con alta remanencia como con alta coercitividad parecidas.

**REIVINDICACIONES**

1. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B que comprende, como fase principal, granos cristalinos de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye un elemento de tierras raras ligeras RL, que es al menos uno de Nd y Pr, como elemento de tierras raras principal R,
- 5 en el que el imán incluye además un elemento metálico M y un elemento de tierras raras pesadas RH, que se han introducido ambos desde su superficie mediante difusión intercrystalina, siendo el elemento metálico M al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag, siendo el elemento de tierras raras pesadas RH al menos un elemento que se selecciona del grupo que consiste en Dy, Ho y Tb y
- 10 en el que el elemento de tierras raras pesadas RH se difunde hasta alcanzar una profundidad de 0,5 mm o más medida desde la superficie del imán.
2. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que las concentraciones del elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH son más altas en un límite de grano que dentro de los granos cristalinos de la fase principal.
- 15 3. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que el imán tiene un grosor de 3 mm a 10 mm.
4. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que el peso del elemento de tierras raras pesadas RH representa del 0,1% al 1,0% de el del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B.
- 20 5. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que la razón en peso M/RH del contenido del elemento metálico M con respecto al del elemento de tierras raras pesadas RH es de desde 1/100 hasta 5/1.
6. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que el elemento de tierras raras ligeras RL se reemplaza por RH al menos parcialmente en las periferias externas de los granos cristalinos del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$ .
- 25 7. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que al menos una parte de la superficie está cubierta con una capa de RH que incluye el elemento de tierras raras pesadas RH, y en el que al menos una parte de una capa de M, que incluye el elemento metálico M, está presente entre la superficie y la capa de RH.
- 30 8. Imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B de la reivindicación 1, en el que el elemento de tierras raras pesadas RH tiene un perfil de concentración en la dirección del grosor del imán.
9. Método para producir un imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, comprendiendo el método las etapas de:
- 35 proporcionar un cuerpo de imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B que incluye, como fase principal, granos cristalinos de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye un elemento de tierras raras ligeras RL, que es al menos uno de Nd y Pr, como elemento de tierras raras principal R;
- depositar una capa de M, que incluye un elemento metálico M que es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag, sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B;
- 40 depositar una capa de RH, que incluye un elemento de tierras raras pesadas RH que es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Dy, Ho y Tb, sobre la capa de M; y
- calentar el cuerpo de imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B, difundiendo de ese modo el elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH desde la superficie del cuerpo de imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B más profundo dentro del imán.
- 45 10. Método de la reivindicación 9, en el que el cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B tiene un grosor de 3 mm a 10 mm.
11. Método de la reivindicación 10, que comprende la etapa de ajustar el peso de la capa de RH que todavía tiene que difundir dentro del intervalo del 0,1% al 1,0% del peso del cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B.

- 5
12. Método de la reivindicación 9, que comprende la etapa de ajustar la temperatura del cuerpo del imán sinterizado de tierras raras basado en R-Fe-B durante la difusión dentro del intervalo de 300°C a menos de 1.000°C.
  13. Método de la reivindicación 9, en el que las etapas de depositar la capa de M y la capa de RH se llevan a cabo mediante un procedimiento de evaporación a vacío, un procedimiento de pulverización, un procedimiento de electrodeposición de iones, un procedimiento de deposición iónica en fase de vapor (IVD), un procedimiento de deposición electroquímica en fase de vapor (EVD) o un procedimiento de inmersión.

FIG.1

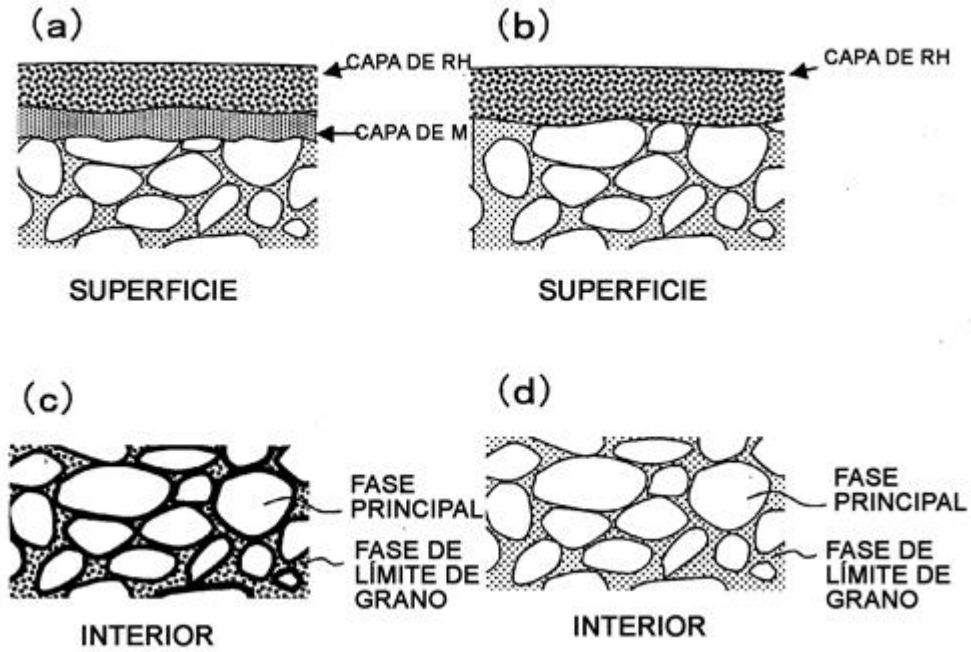
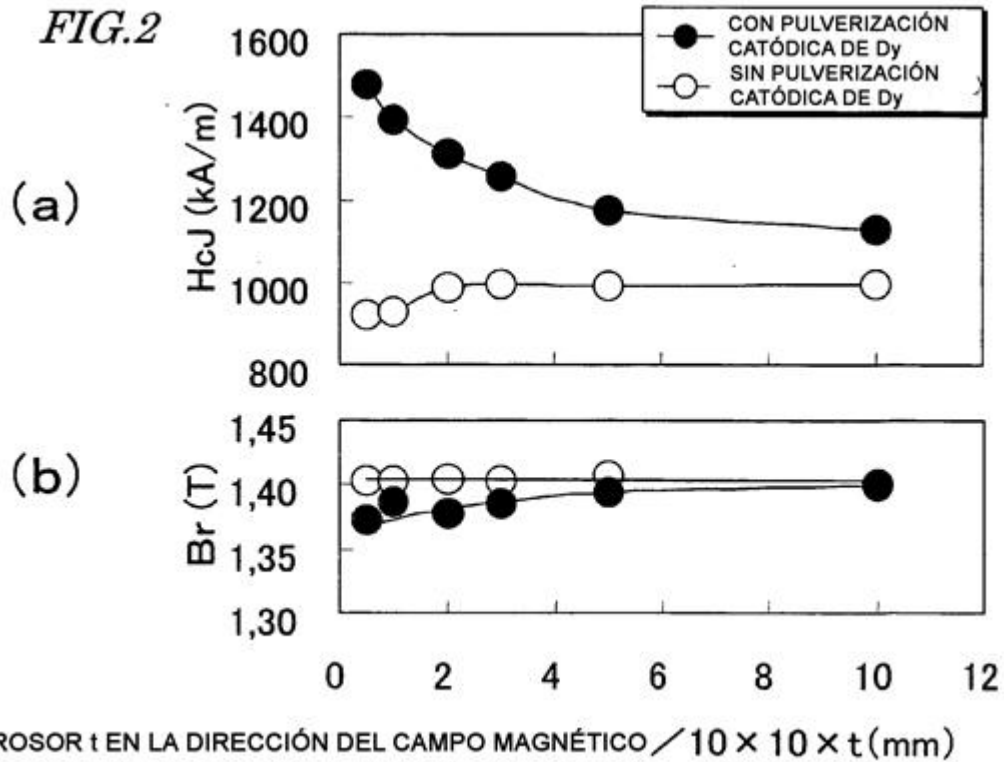


FIG.2



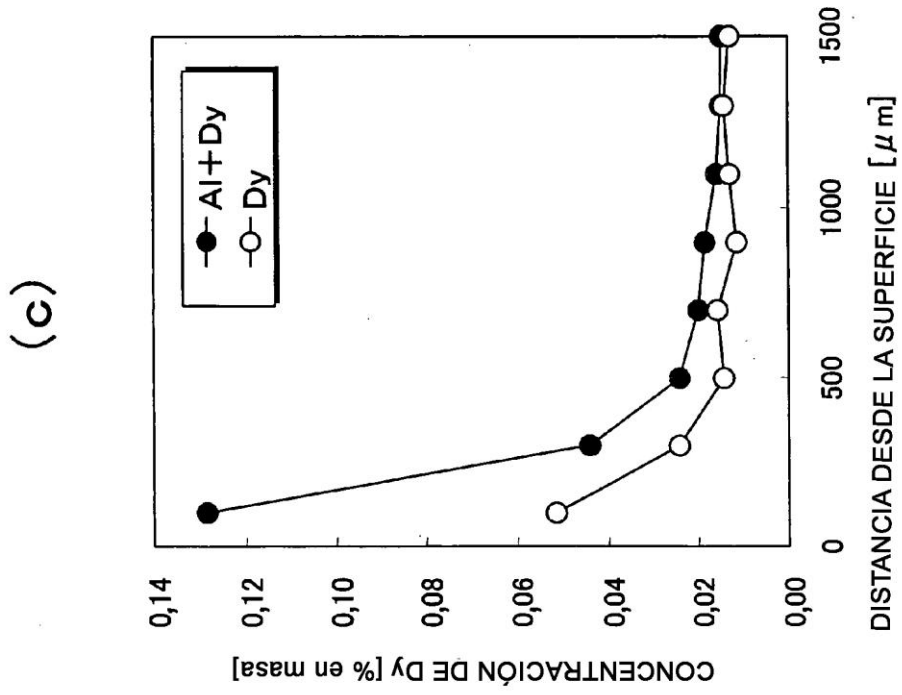
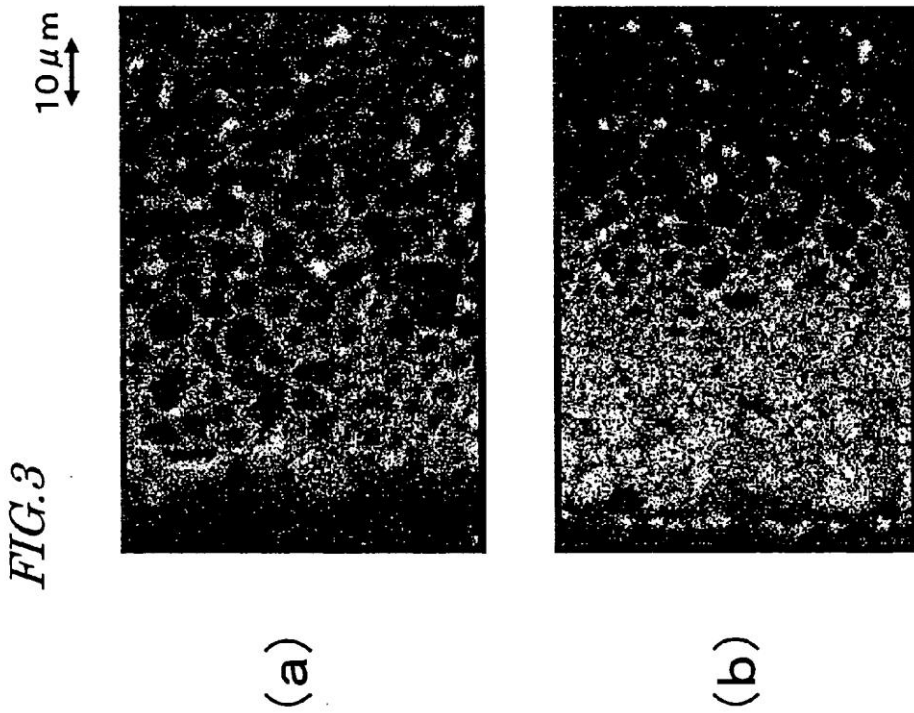




FIG.4

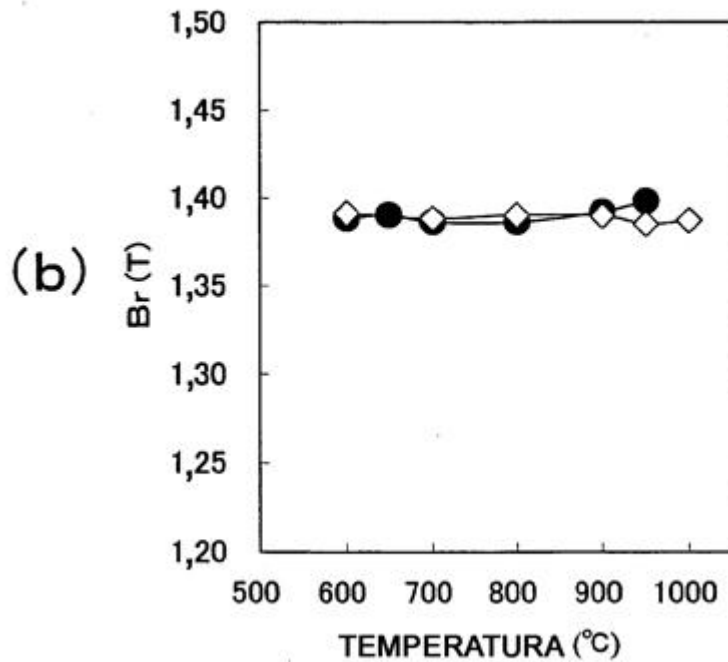
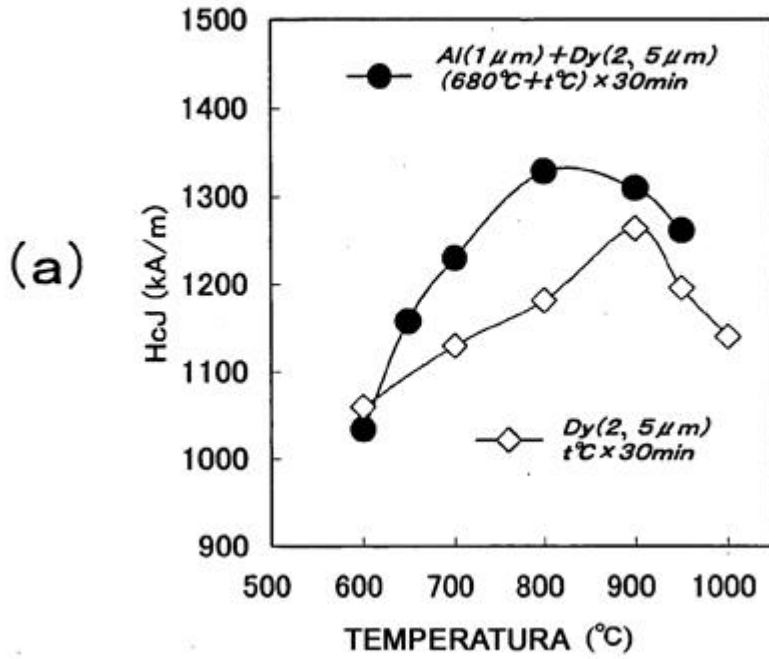


FIG.5

