

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 563 460**

51 Int. Cl.:

**H01F 1/053** (2006.01)

**B22F 3/24** (2006.01)

**C21D 6/00** (2006.01)

**C22C 38/00** (2006.01)

**H01F 1/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.07.2008 E 08776893 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.12.2015 EP 2178096**

54 Título: **Imán sinterizado de tierras raras R-Fe-B**

30 Prioridad:

**27.07.2007 JP 2007196159**

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

**15.03.2016**

73 Titular/es:

**HITACHI METALS, LTD. (100.0%)  
2-1, Shibaura 1-chome Minato-ku  
Tokyo 105-8614, JP**

72 Inventor/es:

**ODAKA, TOMOORI;  
MORIMOTO, HIDEYUKI;  
YOSHIMURA, KOHSHI;  
TAKAKI, SHIGERU y  
SAKASHITA, SHINICHIRO**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI, Peter**

**ES 2 563 460 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 R-Fe-B

5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a un imán sinterizado a base de tierras raras R-Fe-B que incluye granos de cristal de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  (donde R es un elemento de tierras raras) como fase principal y un procedimiento para producir un imán. Más concretamente, la presente invención se refiere a un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B, que incluye Nd, un elemento de tierras raras ligeras, como elemento de tierras raras R principal y en el que una parte del elemento de tierras raras R se substituye por un elemento de tierras raras pesadas RH (que es por lo menos uno de Dy y Tb).

15 ANTECEDENTES

Un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B, que incluye una fase de compuesto de tipo  $Nd_2Fe_{14}B$  como fase principal, es conocido como un imán permanente con el rendimiento más alto, y se ha utilizado en varios tipos de motores tales como un motor de bobina de voz (VCM) para una unidad de disco duro y un motor para un coche híbrido y en muchos tipos de aparatos electrónicos de consumo. Ya se conoce, sin embargo, que un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B causará una "pérdida de flujo irreversible" (es decir, un fenómeno en el que un imán perderá cada vez más de su magnetismo a medida que aumenta la temperatura). Por esa razón, cuando se utiliza en un motor, por ejemplo, el imán debe mantener una coercitividad que sea lo suficientemente alta, incluso a temperaturas elevadas para minimizar la pérdida de flujo irreversible. Para realizar esto, es necesario aumentar la coercitividad del imán a una temperatura ordinaria o es necesario reducir el valor absoluto de la velocidad de variación de la coercitividad a una temperatura requerida (es decir, el coeficiente de temperatura de la coercitividad).

Es conocido que si el elemento de tierras raras R en la fase  $R_2Fe_{14}B$  se substituye por un elemento de tierras raras pesadas RH (que puede ser Dy y/o Tb), la coercitividad aumentará. En ese caso, el coeficiente de temperatura de la coercitividad también aumenta proporcionalmente al porcentaje del elemento de tierras raras R substituido por el elemento de tierras raras pesadas RH. Es por ello que se ha creído que es eficaz añadir tanto como sea posible dicho elemento de tierras raras pesadas RH para obtener una coercitividad elevada a alta temperatura. Entre otras cosas, dado que la anisotropía magnetocristalina de  $Tb_2Fe_{14}B$  es aproximadamente 1,5 (= 3/2) veces mayor que la de  $Dy_2Fe_{14}B$ , la coercitividad y el coeficiente de temperatura de la coercitividad pueden aumentarse de una manera más eficiente que con Tb que con Dy.

Sin embargo, los momentos magnéticos de los elementos de tierras raras pesadas RH en la fase  $R_2Fe_{14}B$  y Fe tienen direcciones opuestas entre sí. Es por eso que contra mayor es el porcentaje del elemento de tierras raras ligeras RL (que puede ser por lo menos uno de Nd y Pr) substituido por el elemento de tierras raras pesadas RH, menor es la remanencia  $B_r$ . Además, como el elemento de tierras raras pesadas RH es uno de los recursos naturales escasos, su uso preferiblemente se reduce. Por estas razones, la coercitividad de un imán de tierras raras debe aumentarse de manera efectiva con la adición de una cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH tan pequeña como sea posible.

45 El documento de patente número 1 describe que regulando las proporciones de los elementos de tierras raras ligeras y pesadas RL y RH y la fracción molar de otro elemento constitutivo de un imán de tierras raras a base de R-Fe-B dentro de unos rangos predeterminados, el coeficiente de temperatura del imán de tierras raras a base de R-Fe-B aumentará.

50 El documento de patente número 2 describe aumentar la temperatura, en la cual el porcentaje de la pérdida irreversible de flujo de un imán de tierras raras a base de R-Fe-B alcanza un 5%, a 30 °C o más en comparación con la técnica convencional llevando a cabo un tratamiento de envejecimiento en dos etapas después del proceso de sinterización.

55 El documento de patente número 3 describe que al producir un imán de tierras raras a base de R-Fe-B de una mezcla de un polvo de material magnético pesado, que incluye un elemento de tierras raras, y un polvo de material diamagnético, se producirá un acoplamiento magnético entre el polvo de material magnético pesado y el polvo de material magnético, reduciendo de este modo el valor absoluto del coeficiente de temperatura del imán de tierras raras a base de R-Fe-B.

60 El documento de patente número 4 describe cómo aumentar la temperatura de transformación magnética y el coeficiente de temperatura añadiendo un compuesto de flúor ferromagnético a un imán de tierras raras a base de R-Fe-B.

El documento de patente número 5 describe que si un imán a base de tierras raras-hierro-boro se dispone en una cámara de presión reducida de manera que un elemento M (que es uno, dos o más elementos de tierras raras seleccionados del grupo que consiste en Pr , Dy, Tb y Ho), que se ha convertido en vapor o partículas finas mediante alguna técnica física, o una aleación que incluye dicho elemento M, se deposita para formar una película sobre la superficie de un imán y después se provoca que difunda y penetre, se forma una capa límite de grano de cristal, incluyendo abundante elemento M. En ese caso, incluso si se reduce la concentración del elemento de tierras raras tal como Dy, todavía podría obtenerse un imán de alto rendimiento con una elevada coercitividad o una elevada remanencia de acuerdo con el documento de patente número 5.

Documento de patente número 1: Publicación de solicitud de patente japonesa puesta a disposición del público número 2001-284111

Documento de patente número 2: Publicación de solicitud de patente japonesa puesta a disposición del público número 5-47533

Documento de patente número 3: Publicación de solicitud de patente japonesa puesta a disposición del público número 2004-79922

Documento de patente número 4: Publicación de solicitud de patente japonesa puesta a disposición del público número 2005-209669

Documento de patente número 5: Publicación de solicitud de patente japonesa puesta a disposición del público número 2005-11973

#### Descripción de la invención

La invención se define por las reivindicaciones adjuntas.

#### Problemas a resolver por la invención

Un imán para utilizarse en motores para coches con EPS (dirección asistida eléctrica) y HEVs (vehículos eléctricos híbridos) que, en un futuro próximo, estarán en creciente demanda, debe tener una coercitividad que sea lo suficientemente elevada para evitar la pérdida de flujo irreversible a temperaturas elevadas de 100 °C o más. Por esa razón, se añade un elemento de tierras raras pesadas RH para aumentar la coercitividad a una temperatura normal o el coeficiente de temperatura de la coercitividad. Sin embargo, como que el elemento de tierras raras pesadas RH (que puede ser Dy y/o Tb) es uno de los recursos naturales escasos, su uso debe reducirse tanto como sea posible.

Ninguno de los documentos de patente números 1-4 citados anteriormente describe cómo obtener el elemento de tierras raras pesadas RH, que ha sido introducido en el imán, distribuido de una manera eficiente. Es decir, estos documentos no describen ni sugieren cómo realizar una estructura de imán que pueda reducir la dependencia de la temperatura de la coercitividad  $H_{CJ}$  a la vez que se disminuya la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH a un nivel tan bajo como sea posible.

Específicamente, de acuerdo con la técnica descrita en el documento de patente número 5, debe haber una diferencia de concentración de RH significativa para difundir el elemento de tierras raras pesadas RH en el interior del imán y, por lo tanto, es difícil suministrar una cantidad suficiente de RH a la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal en el interior del imán. Además, una gran parte del elemento de tierras raras pesadas RH, que no contribuye al aumento de la coercitividad, se quedará en la fase de límite de grano del imán resultante. En consecuencia, el coste de fabricar un imán de este tipo es demasiado elevado para su rendimiento real como imán.

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es disponer un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B que presente unas buenas propiedades de temperatura.

#### Medios para resolver los problemas

Un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de acuerdo con la presente invención incluye, como fase principal, granos de cristal de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye Nd, que es un elemento de tierras raras ligeras, como elemento de tierras raras R principal. El imán incluye un elemento de tierras raras pesadas RH (que es por lo menos uno de Dy y Tb) que se ha introducido a través de la superficie del imán sinterizado por difusión. El imán presenta una zona en la que la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH en una fase rica en R de límite de grano es menor que en la superficie de los granos de cristal del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  pero mayor que en el núcleo de los granos de cristal del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$ . Si las concentraciones de los elementos de tierras raras pesadas Dy y Tb en el imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B es  $x_1$  (% en masa) y  $x_2$  (% en

masa), respectivamente, y si el coeficiente de temperatura de una coercitividad media  $H_{CJ}$  de 20 °C a 140 °C es y (%/ °C), el imán cumple la desigualdad:  $0,015 \times (x_1 + 1,5 \times x_2) - 0,57 \leq y \leq 0,023 \times (x_1 + 1,5 \times x_2) - 0,50$ .

5 En una realización preferida, la zona se encuentra a una profundidad de 100  $\mu\text{m}$  bajo la superficie del cuerpo del imán sinterizado.

#### Efectos de la invención

10 Un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de acuerdo con la presente invención tiene, como fase principal, granos de cristal de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye Nd, que es un elemento de tierras raras ligeras, como elemento de tierras raras R principal, y también tiene un elemento de tierras raras pesadas RH (que es por lo menos uno de Dy y Tb) que se ha introducido a través de la superficie del imán sinterizado por difusión. Es por esto que el imán de la presente invención presenta una mayor coercitividad  $H_{CJ}$ . Además, el imán tiene un tipo de estructura especial en la que la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH en una fase rica en R de límite de grano es menor que en la superficie de los granos de cristal del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  pero mayor que en el núcleo de los granos de cristal del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$ . En consecuencia, la coercitividad  $H_{CJ}$  puede aumentarse de manera efectiva incluso con una pequeña cantidad de elemento de tierras raras pesadas RH añadido, y las propiedades de temperatura se han mejorado también.

#### Breve descripción de los dibujos

20 La figura 1 es una gráfica que muestra cómo varía el coeficiente de temperatura y de la coercitividad con la concentración de Dy x.

25 La figura 2 es una vista en sección transversal que ilustra esquemáticamente la configuración de un recipiente de proceso que se utiliza preferiblemente para llevar a cabo el proceso de producción de un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de acuerdo con la presente invención junto con una disposición de ejemplo de cuerpos en masa de RH y cuerpos de imán sinterizado en el recipiente de proceso.

La figura 3(a) es una fotografía de un microscopio TEM que muestra una sección transversal de la muestra nº 1 que representa un ejemplo específico de la presente invención.

30 La figura 3 (b) es una fotografía que muestra un resultado de un mapeo de un elemento Dy que se llevó a cabo en la muestra nº 1.

Y la figura 3 (c) es una fotografía que muestra cómo se verá la fotografía que se muestra en la figura 3 (b) en un campo de visión más amplio.

#### Descripción de números de referencia

35 2: cuerpo de imán sinterizado  
4: cuerpo en masa de RH  
6: cámara de procesamiento  
40 8: malla realizada en Nb

#### Mejor modo de llevar a cabo la invención

45 Los presentes inventores descubrieron que mediante la difusión de un elemento de tierras raras pesadas RH (que es por lo menos uno de Dy y Tb) dentro de un cuerpo de imán sinterizado a través de su superficie, la distribución de la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH podría optimizarse no sólo en la superficie de los granos de cristal de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que es la fase principal que forma la estructura del cuerpo de imán sinterizado (que se denominará aquí "periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal") y en el núcleo de los granos de cristal (que se denominará aquí "núcleo (zona interna) de los granos de fase principales"), sino también en la fase rica en R de límite de grano, y por lo tanto, el coeficiente de temperatura de la coercitividad podría mejorarse significativamente incluso con una pequeña cantidad añadida del elemento de tierras raras pesadas RH.

55 Tal como se utiliza aquí, la "periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal" es una parte de los granos de cristal de fase principal y es una capa en la que el elemento de tierras raras pesadas RH, que se ha difundido a través de la superficie del cuerpo sinterizado y el límite de grano y después se ha introducido en el grano de fase principal a través del límite de grano, ha experimentado un aumento de concentración. Por otra parte, el "núcleo (zona interna) de los granos de fase principal" se entiende como una parte de los granos de fase principal que se encuentra dentro de la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal. En la fase de límite de grano que se encuentra entre granos de fase principal, hay una "fase rica en R" y una "fase de óxido". La "fase rica en R" es una fase que incluye el elemento de tierras raras R en una concentración relativamente alta en la fase de límite de grano.

El imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de la presente invención tiene, como fase principal, granos de cristal de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye Nd, que es un elemento de tierras raras ligeras RL, como elemento tierras raras R principal. Sin embargo, este imán también incluye el elemento de tierras raras pesadas RH que se ha introducido a través de la superficie del imán sinterizado por difusión. Además, el imán sinterizado de la presente invención presenta una zona en la que la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH en la fase rica en R es menor que en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal, pero mayor que en el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal. Cuanto mayor sea el porcentaje de dicha zona respecto a la totalidad del imán sinterizado, mejor. Pero es suficientemente eficaz si el grosor de dicha zona es de lo menos aproximadamente un 2% del grosor medio del imán sinterizado. Preferiblemente, el grosor de esa zona es un 5% o más del grosor medio del imán sinterizado.

Esta estructura se realiza preferiblemente a través de un procedimiento que hace que la difusión del límite de grano avance más preferiblemente que la difusión del volumen en los granos de fase principal (que se denominará aquí "difusión intragranular"), tal como se describirá más adelante. De acuerdo con un procedimiento convencional que utiliza un polvo de aleación de materiales que incluye un elemento de tierras raras pesadas RH, el elemento de tierras raras pesadas RH se incluirá de manera sustancialmente uniforme en la fase principal y, por lo tanto, la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH nunca es mayor en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal que en el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal. También, incluso de acuerdo con el procedimiento descrito en el documento de patente número 5 en el cual se deposita una película de Dy sobre la superficie de un cuerpo de imán sinterizado y luego se difunde el Dy de la película de Dy hacia el cuerpo sinterizado a través de un tratamiento térmico, el Dy también se incluirá en una alta concentración en la fase de límite de grano. Por eso, la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH nunca llega a ser tampoco mayor en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal que en la fase rica en R.

De acuerdo con la presente invención, haciendo que el elemento de tierras raras pesadas RH en la fase de límite de grano presente una mayor concentración en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal utilizando una alta afinidad de la fase principal al elemento de tierras raras pesadas RH, la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH aumenta en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal en lugar de en la fase rica en R de límite de grano. Esta estructura se produce preferiblemente reduciendo significativamente la cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH para suministrarlo sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado en comparación con las técnicas convencionales y moviendo rápidamente el elemento de tierras raras pesadas RH que se ha introducido en la fase límite de grano a la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal. En este caso, el límite de grano funciona solamente como paso para mover el elemento de tierras raras pesadas RH rápidamente hacia la parte interior del cuerpo de imán sinterizado. Además, si se adopta una técnica para depositar una película del elemento de tierras raras pesadas RH en la superficie del cuerpo de imán sinterizado, la estructura de la presente invención también puede realizarse introduciendo otro elemento metálico, lo que favorecerá la difusión de límite de grano, en la fase de límite de grano tal como se describirá más adelante.

El imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de la presente invención presenta una estructura tal que puede mejorar el coeficiente de temperatura de la coercitividad  $H_{cJ}$ . En este caso, el coeficiente de temperatura promedio de la coercitividad  $H_{cJ}$  de 20 °C a 140 °C se identifica por y (% / °C). Este coeficiente de temperatura y se define mediante la siguiente ecuación (1):

$$y = \frac{H_{cJ}(20^{\circ}\text{C}) - H_{cJ}(140^{\circ}\text{C})}{20 - 140} \times \frac{1}{H_{cJ}(20^{\circ}\text{C})} \times 100 \quad (1)$$

donde  $H_{cJ}(T^{\circ}\text{C})$  es la coercitividad  $H_{cJ}$  a una temperatura  $T^{\circ}\text{C}$ .

Suponiendo que el imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B tenga en una concentración x de Dy (% en masa), el coeficiente de temperatura y de la coercitividad  $H_{cJ}$  puede aproximarse mediante una función lineal de la concentración x de Dy tal como se representa mediante la siguiente ecuación (2):

$$y = a \times x + b \quad (2)$$

donde a y b son ambas constantes, pero tienen diferentes valores de acuerdo con la composición o la estructura del imán.

En un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B normal, a es un número positivo, b es un número negativo, y el coeficiente de temperatura y de la coercitividad  $H_{cJ}$  tiene un valor negativo.

La figura 1 es una gráfica que muestra cómo varía el coeficiente de temperatura y de la coercitividad  $H_{CJ}$  con la concentración  $x$  de Dy. En esta gráfica, la línea continua representa los datos que se recogieron sobre ejemplos específicos de la presente invención, mientras que la línea discontinua representa los datos que se recogieron sobre ejemplos comparativos que se habían realizado con Dy añadido a la aleación de materiales desde el principio.

Tal como puede apreciarse en la figura 1, contra mayor es la concentración  $x$  de Dy, mayor es el coeficiente de temperatura y menor es su valor absoluto. Es decir, a medida que aumenta la concentración  $x$  de Dy, la disminución de la coercitividad  $H_{CJ}$  puede comprobarse bien incluso a elevadas temperaturas y, por lo tanto, la resistencia térmica del imán puede aumentar de manera más significativa.

Comparando los ejemplos específicos de la presente invención con los ejemplos comparativos mostrados en la figura 1, puede observarse que a igual concentración  $x$  de Dy, el coeficiente de temperatura y era mayor en un ejemplo específico de la presente invención que en un ejemplo comparativo. En otras palabras, para obtener el mismo coeficiente de temperatura y, los ejemplos específicos de la presente invención necesitan una concentración de Dy más baja que en ejemplos comparativos. Este es un efecto que se consigue porque el Dy está incluido en una mayor concentración en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal de acuerdo con la presente invención, y esto indica que el Dy se utiliza de una manera más eficiente de acuerdo con la presente invención. Es decir, esto significa que, en los ejemplos comparativos, el Dy se encuentra incluido también en una gran cantidad en el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal y en el límite de grano (es decir, fases ricas en R o fases de óxido) pero apenas contribuye a aumentar la coercitividad  $H_{CJ}$ .

Los presentes inventores descubrieron y confirmaron por medio de experimentos que, al igual que para el coeficiente de temperatura y de la coercitividad  $H_{CJ}$  del imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de la presente invención, las constantes  $a$  y  $b$  de la ecuación (2) se encontrarían dentro de los rangos definidos por las siguientes desigualdades (3):

$$0,015 \leq a \leq 0,023 \quad -0,57 \leq b \leq -0,50 \quad (3)$$

Dado que las constantes  $a$  y  $b$  satisfacen estas desigualdades (3), el coeficiente de temperatura y de la coercitividad  $H_{CJ}$  puede satisfacer la siguiente desigualdad (4):

$$0,015 \times x - 0,57 \leq y \leq 0,023 \times x - 0,50 \quad (4)$$

Por otra parte, suponiendo que el imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B tenga los elementos de tierras raras pesadas Dy y Tb en una concentración  $x_1$  y  $x_2$  (% en masa), respectivamente, el coeficiente de temperatura y de la coercitividad  $H_{CJ}$  puede satisfacer la siguiente desigualdad (5):

$$0,015 \times (x_1 + 1,5 \times x_2) - 0,57 \leq y \leq 0,023 \times (x_1 + 1,5 \times x_2) - 0,50 \quad (5)$$

Si el elemento de tierras raras pesadas RH está incluido en la misma concentración, el límite inferior del coeficiente de temperatura y representado por las desigualdades (4) y (5) debe ser mayor que el coeficiente de temperatura de un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B convencional. Es decir, de acuerdo con la presente invención, si el elemento de tierras raras pesadas RH está incluido en la misma concentración  $x$ , el coeficiente de temperatura y será más próximo a cero (es decir, mediante la presente invención se realizará un estado más ideal).

El imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de la presente invención se produce preferiblemente suministrando el elemento de tierras raras pesadas RH de un cuerpo en masa de tierras raras pasadas (el cual se denomina aquí "cuerpo en masa de RH") a la superficie de un cuerpo sinterizado, mientras que, al mismo tiempo, la difusión de imán del elemento de tierras raras pesadas RH se realiza más profundamente en el cuerpo sinterizado a través de la superficie del mismo.

En el proceso de fabricación de la presente invención se calienta un cuerpo en masa de un elemento de tierras raras pesadas RH que no es fácilmente vaporizable (o sublimable) y un cuerpo de imán sinterizado de tierras raras a una temperatura de entre 700 °C y 1100 °C, reduciéndose así la vaporización (o sublimación) del cuerpo en masa de RH hasta el punto que la velocidad de crecimiento de una película de RH no es excesivamente más alta que la velocidad de difusión del RH en el imán y la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH, que ha avanzado hasta llegar a la superficie del cuerpo de imán sinterizado, hacia el cuerpo del imán rápidamente. Hay que señalar que para difundir un elemento de tierras raras pesadas RH en un cuerpo de imán sinterizado desde su superficie y, al mismo tiempo, suministrar el elemento de tierras raras pesadas RH desde un cuerpo en masa de tierras raras pesadas (que se denomina aquí "cuerpo en masa de RH") a la superficie de un cuerpo de imán sinterizado, tal como se describirá más adelante con relación a realizaciones preferidas de la presente invención, a veces se denominará aquí simplemente "difusión de evaporación". A una temperatura que se encuentra dentro del rango entre 700 °C y 1100 °C, el elemento de tierras raras pesadas RH apenas se evapora (o sublima) sino que el elemento de tierras

raras no se difunde de manera activa en un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B. Por esa razón, la difusión del límite de grano del elemento de tierras raras pesadas RH en el cuerpo del imán puede acelerarse más preferiblemente que la formación de la película del elemento de tierras raras pesadas RH sobre la superficie del cuerpo de imán. En este caso, el rango de temperatura es más preferiblemente de 850 °C a menos de 1000 °C.

En la técnica anterior, se ha creído que para vaporizar (o sublimar) un elemento de tierras raras pesadas RH tal como Dy, el cuerpo del imán tiene que calentarse a una temperatura bastante elevada y que sería imposible depositar Dy en el cuerpo magnético sinterizado simplemente calentándolo a una temperatura tan baja como entre 700 °C y 1100 °C. Contrariamente a esta creencia popular, sin embargo, los resultados de los experimentos que realizaron los presentes inventores revelaron que el elemento de tierras raras pesadas RH todavía podría suministrarse sobre un imán de tierras raras opuesto y difundirse en el mismo incluso a una temperatura tan baja de entre 700 °C y 1100 °C.

De acuerdo con la técnica convencional de formar de una película de un elemento de tierras raras pesadas RH (el cual se denominará aquí "película de RH") en la superficie de un cuerpo de imán sinterizado y después difundir el elemento en el cuerpo de imán sinterizado mediante tratamiento térmico, la denominada "difusión intragranular" avanzará significativamente en la zona superficial que está en contacto con la película de RH, introduciéndose así una gran parte del elemento de tierras raras pesadas RH en los granos de fase principal y, finalmente, reduciéndose la remanencia  $B_r$ . Por otra parte, de acuerdo con la presente invención, dado que el elemento de tierras raras pesadas RH se suministra sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado con una menor velocidad de crecimiento de la película de RH y la temperatura del cuerpo de imán sinterizado se mantiene a un nivel adecuado para la difusión, la "difusión del límite de grano" avanza más preferiblemente que la "difusión intragranular", incluso en la zona de la superficie del cuerpo de imán sinterizado. Es decir, dado que el elemento de tierras raras pesadas RH no llega al núcleo de las fases principales incluso cerca de la zona superficial, la disminución de la remanencia  $B_r$  puede minimizarse y la coercitividad  $H_{CJ}$  puede aumentarse de manera efectiva.

El imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B tiene un mecanismo de generación de coercitividad de tipo nucleación. Por lo tanto, si la anisotropía magnetocristalina se incrementa en la periferia exterior de una fase principal, la nucleación de dominios magnéticos inversa puede reducirse cerca de la fase límite de grano. Como resultado, la coercitividad  $H_{CJ}$  puede aumentarse globalmente de manera efectiva. De acuerdo con la presente invención, la capa de sustitución de tierras raras pesadas puede formarse en la periferia exterior de la fase principal no sólo en una zona superficial del cuerpo de imán sinterizado, sino también en el interior del imán. En consecuencia, la coercitividad  $H_{CJ}$  de todo el imán aumenta suficientemente debido a que la coercitividad puede aumentar de manera más efectiva en la zona exterior del cuerpo de imán para verse afectada significativamente por un campo de desmagnetización. Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, incluso si la cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH tal como Dy añadida es pequeña, todavía puede obtenerse un imán con un buen coeficiente de temperatura.

Teniendo en cuenta la facilidad de difusión de evaporación, el coste y otros factores, es más preferible utilizar Dy como elemento de tierras raras pesadas RH que sustituye al elemento de tierras raras ligeras RL en la periferia exterior de la fase principal. Sin embargo, la anisotropía magnetocristalina de  $Tb_2Fe_{14}B$  es mayor que la de  $Dy_2Fe_{14}B$  y es aproximadamente tres veces mayor que la de  $Nd_2Fe_{14}B$ . Por ello, si el Tb se evapora y se difunde, la coercitividad puede aumentarse de una manera más eficiente sin disminuir la remanencia del cuerpo de imán sinterizado. Si se utiliza Tb, la difusión de la evaporación se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura más elevada y a un mayor vacío que en una situación en la que se utiliza Dy.

Tal como puede apreciarse fácilmente a partir de la descripción anterior, de acuerdo con la presente invención, el elemento de tierras raras pesadas RH no siempre tiene que añadirse a la aleación de material. Es decir, puede proporcionarse un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B conocido que incluya un elemento de tierras raras ligeras RL (que es por lo menos uno de Nd y Pr) como elemento de tierras raras R, y el elemento de tierras raras pesadas RH puede difundirse hacia el interior desde la superficie del imán. Si en la superficie del imán solamente se forma la capa de tierras raras pesadas convencional, sería difícil difundir el elemento de tierras raras pesadas RH en el interior del imán incluso a una temperatura de difusión elevada. Sin embargo, de acuerdo con la presente invención, a realizar la difusión del límite de grano del elemento de tierras raras pesadas RH, el elemento de tierras raras pesadas RH puede suministrarse de una manera eficiente incluso a la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal que se encuentra situada en el interior del cuerpo de imán sinterizado. La presente invención naturalmente es aplicable a un imán sinterizado a base de R-Fe-B, al cual ya se añadió el elemento de tierras raras pesadas RH cuando era una aleación de materiales. Sin embargo, si se añade una gran cantidad de elementos de tierras raras pesadas RH a la aleación de materiales, el efecto de la presente invención no se alcanzaría de manera suficiente. Por esa razón, en esa etapa temprana puede añadirse una cantidad relativamente pequeña de elemento de tierras raras pesadas RH.

De acuerdo con la presente invención, la concentración de RH que se introduce por difusión representa preferiblemente entre un 0,05% en masa y un 1,5% en masa del imán total. Este intervalo se prefiere por las siguientes razones. Específicamente, si la concentración de RH superase un 1,5% en masa, la disminución de la remanencia  $B_r$  podría estar fuera de control. Sin embargo, si la concentración de RH fuera de menos de un 0,05% en masa, entonces la coercitividad  $H_{CJ}$  podría no aumentar de manera efectiva.

A continuación, se describirá un ejemplo de un proceso de difusión preferido de acuerdo con la presente invención con referencia a la figura 2, que ilustra una disposición de ejemplo de cuerpos de imán sinterizado 2 y cuerpos en masa de RH 4. En el ejemplo ilustrado en la figura 2, los cuerpos de imán sinterizado 2 y los cuerpos en masa de RH 4 están dispuestos de manera que quedan uno frente al otro con un espacio predeterminado que queda entre ellos dentro de una cámara de procesamiento 6 realizada en un metal refractario. La cámara de procesamiento 6 que se muestra en la figura 2 incluye un elemento para sostener una pluralidad de cuerpos de imán sinterizado 2 y un elemento para sostener el cuerpo en masa de RH 4. Específicamente, en el ejemplo mostrado en la figura 2, los cuerpos de imán sinterizado 2 y el cuerpo en masa de RH 4 superior se sujetan en una red 8 realizada en Nb. Sin embargo, los cuerpos de imán sinterizado 2 y los cuerpos en masa de RH 4 no tienen por qué sostenerse de esta manera, sino que también podrán sostenerse utilizando cualquier otro elemento. Sin embargo, no debe utilizarse un elemento que cierre el espacio entre los cuerpos de imán sinterizado 2 y los cuerpos en masa de RH 4.

Calentando la cámara de procesamiento 6 con un calentador (no mostrado) se eleva la temperatura de la cámara de procesamiento 6. En este caso, la temperatura de la cámara de procesamiento 6 se controla en el intervalo entre 700 °C y 1100 °C, más preferiblemente en el intervalo entre 850 °C y menos de 1000 °C. En dicho intervalo de temperatura, el elemento de tierras raras pesadas RH tiene una presión de vapor muy baja y apenas se vaporiza. En la técnica anterior, se ha creído comúnmente que, en tal intervalo de temperatura, un elemento de tierras raras pesadas RH, vaporizado a partir de un cuerpo en masa de RH 4, no podrá suministrarse y depositarse sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado 2.

Sin embargo, los presentes inventores descubrieron que disponiendo el cuerpo de imán sinterizado 2 y el cuerpo en masa de RH 4 uno cerca del otro, sin estar en contacto entre sí, podría obtenerse un metal de tierras raras pesadas a una velocidad tan baja como de varias  $\mu\text{m}$  por hora (por ejemplo, en el intervalo entre 0,5  $\mu\text{m}/\text{h}$  y 5  $\mu\text{m}/\text{h}$ ) sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado 2. También se descubrió que, controlando la temperatura del cuerpo de imán sinterizado 2 dentro de un intervalo apropiado de manera que la temperatura del cuerpo de imán sinterizado 2 fuera igual o mayor que la del cuerpo en masa de RH 4, el elemento tierras raras pesadas RH que se había suministrado en fase de vapor podía difundirse profundamente en el cuerpo de imán sinterizado 2 como éste era. Este intervalo de temperatura es uno preferido en el que el elemento de tierras raras pesadas RH se difunde al interior a través de la fase de límite de grano del cuerpo de imán sinterizado 2. Como resultado, puede realizarse de manera eficiente un suministro lento del elemento de tierras raras pesadas RH y una difusión rápida del mismo en el cuerpo magnético.

De acuerdo con la presente invención, el RH que se ha vaporizado sólo ligeramente tal como se ha descrito anteriormente se suministra a baja velocidad sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado. Por esa razón, no es necesario calentar la cámara de procesamiento a una temperatura elevada o aplicar una tensión al cuerpo de imán sinterizado o al cuerpo en masa de RH como en el proceso convencional de deposición de un elemento de tierras raras pesadas de RH mediante un proceso de deposición en fase de vapor.

El espacio entre el cuerpo de imán sinterizado 2 y el cuerpo en masa de RH 4 se regula para que se encuentre en el intervalo entre 0,1 mm y 300 mm. Este espacio es preferiblemente entre 1 mm y 50 mm, más preferiblemente entre 20 mm o menos, e incluso más preferiblemente 10 mm o menos. Aunque esta distancia puede mantenerse entre ellos, los cuerpos de imán sinterizado 2 y los cuerpos en masa de RH 4 pueden disponerse vertical u horizontalmente o incluso pueden moverse uno respecto al otro. Además, como que el RH vaporizado puede crear una atmósfera uniforme de RH dentro del intervalo de distancias definido anteriormente, la zona de sus superficies opuestas no está particularmente limitada, sino que incluso sus superficies más estrechas pueden quedar unas frente a las otras.

De acuerdo con la presente invención, el elemento de tierras raras pesadas RH puede suministrarse sobre la superficie del imán simplemente controlando la temperatura de toda la cámara de procesamiento sin utilizar ningún mecanismo especial para vaporizar (o sublimar) el material de evaporación. Tal como se utiliza aquí, la "cámara de procesamiento" se refiere en términos generales a un espacio donde se disponen los cuerpos de imán sinterizado 2 y los cuerpos en masa de RH 4. Por lo tanto, la cámara de procesamiento puede referirse a una cámara de procesamiento de un horno de tratamiento térmico, pero también puede referirse a un recipiente de procesamiento alojado en dicha cámara de procesamiento.

Durante el proceso de tratamiento térmico, se mantiene preferiblemente una atmósfera inerte dentro de la cámara de procesamiento. Tal como se utiliza aquí, la "atmósfera inerte" se refiere a un vacío o una atmósfera llena de un gas



inerte. Además, el "gas inerte" puede ser un gas raro tal como gas argón (Ar), pero también puede ser cualquier otro gas siempre que el gas no sea químicamente reactivo entre el cuerpo en masa de RH y el cuerpo de imán sinterizado. La presión del gas inerte se reduce de manera que sea menor que la presión atmosférica. Si la presión de la atmósfera en el interior de la cámara de procesamiento se encuentra cerca de la presión atmosférica, entonces el elemento de tierras raras pesadas RH podría no ser suministrado fácilmente del cuerpo en masa de RH a la superficie del cuerpo de imán sinterizado. Sin embargo, puesto que la cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH difundido viene determinada por la velocidad de difusión de la superficie del imán hacia la parte interior del mismo, esto debería ser suficiente para reducir la presión de la atmósfera en el interior de la cámara de procesamiento a  $10^2$  Pa o menos, por ejemplo. Es decir, aunque se redujera todavía más la presión de la atmósfera en el interior de la cámara de procesamiento, la cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH difundido (y eventualmente el grado de aumento de la coercitividad) no variaría significativamente. La cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH difundido es más sensible a la temperatura del cuerpo de imán sinterizado que a la presión.

El estado de la superficie del imán sinterizado es lo más cercano como sea posible a un estado metálico para permitir que el elemento de tierras raras pesadas RH se difunda y penetre fácilmente. Para ello, el imán sinterizado se somete preferiblemente a un tratamiento de activación tal como un tratamiento previo de limpieza ácida o limpieza abrasiva. De acuerdo con la presente invención, sin embargo, cuando el elemento de tierras raras pesadas RH se vaporiza y se suministra en un estado activo sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado, el elemento de tierras raras pesadas RH se difundirá hacia la parte interior del cuerpo de imán sinterizado a una velocidad superior a la velocidad de formación de una capa sólida. Por esta razón, la superficie del cuerpo de imán sinterizado también puede haberse oxidado hasta cierto punto tal como se observa inmediatamente después de un proceso de sinterización o de un proceso de corte.

La forma y el tamaño de los cuerpos en masa de RH no están limitados particularmente. Por ejemplo, los cuerpos en masa de RH pueden tener forma de placa o una forma indefinida (por ejemplo, forma de piedra). Opcionalmente, los cuerpos en masa de RH pueden tener una gran cantidad de orificios muy pequeños con diámetros de varias decenas de  $\mu\text{m}$ . Los cuerpos en masa de RH están realizados preferiblemente de cualquiera de un elemento de tierras raras pesadas RH o una aleación que incluya dos o más elementos de tierras raras pesadas RH. También, cuanto mayor es la presión de vapor del material de los cuerpos en masa de RH, mayor es la cantidad de RH que puede introducirse por unidad de tiempo y más eficiente. Los óxidos, fluoruros y nitruros que incluyen un elemento de tierras raras pesadas RH tienen presiones de vapor bajas de modo que la difusión de la evaporación se produce apenas en las condiciones que se encuentran dentro de estos intervalos de temperaturas y grados de vacío. Por esa razón, incluso si los cuerpos en masa de RH se realizan de un óxido, un fluoruro o un nitruro que incluya el elemento de tierras raras pesadas RH, la coercitividad no puede aumentarse de una manera efectiva.

También puede producirse otra realización preferida de un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de acuerdo con la presente invención depositando una capa que incluya un elemento metálico M (que se denominará aquí "capa M") y una capa que incluya un elemento de tierras raras pesadas RH (que se denomina aquí "capa de RH") en este orden sobre la superficie de un cuerpo de imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B y después difundiendo el elemento metálico M y el elemento de tierras raras pesadas RH dentro del cuerpo de imán sinterizado a través de su superficie.

De acuerdo con la presente invención, el proceso de difusión se lleva a cabo calentando un cuerpo de imán sinterizado en el cual se ha depositado la capa M y la capa de RH. Como resultado del calentamiento, el elemento metálico M, que tiene el punto de fusión más bajo, se difundirá dentro del cuerpo sinterizado rápidamente a través del límite de grano y después el elemento de tierras raras pesadas RH se difundirá dentro del cuerpo de imán sinterizado a través del límite de grano. Dado que el elemento metálico M se difunde antes, el punto de fusión de la fase de límite de grano disminuye. Por este motivo, en comparación con una situación en la que no se ha depositado una capa M, la "difusión del límite de grano" del elemento de tierras raras pesadas RH se verá favorecida. Además, en comparación con una situación en la que no se ha depositado ninguna capa M, el elemento de tierras raras pesadas RH puede difundirse de manera más eficiente en el interior del cuerpo de imán sinterizado incluso a una temperatura más baja. Gracias a estas funciones del elemento metálico M, la "difusión del límite de grano" avanzará más preferiblemente que la "difusión intragranular" en la zona superficial del cuerpo de imán sinterizado. Como resultado, la disminución de la remanencia  $B_r$  puede minimizarse y la coercitividad  $H_{CJ}$  puede aumentarse de manera efectiva.

De acuerdo con la presente invención, la temperatura del tratamiento térmico que se lleva a cabo para difundir el elemento metálico M se define preferiblemente para que sea igual o mayor que el punto de fusión del metal M, pero inferior a  $1000$  °C. Opcionalmente, para favorecer todavía más la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH después de que el metal M se haya difundido lo suficiente, la temperatura de tratamiento térmico puede elevarse a una temperatura aún mayor entre  $800$  °C y menos de  $1000$  °C, por ejemplo.

La masa de M que se deposita sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado se ajusta preferiblemente para que represente entre un 0,05% y un 1,0% de la de todo el imán. Se prefiere este intervalo por las siguientes razones. En particular, si la masa de M representaba menos de un 0,05% de la del imán, entonces la difusión del límite de grano no podría favorecerse con eficacia. Sin embargo, si la masa de M representa más de un 1,0% de la del imán, entonces el rendimiento del imán podría verse deteriorado.

La masa de RH que se deposita sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado se ajusta preferiblemente para que represente entre un 0,05% y un 1,5% de la de todo el imán. Se prefiere este intervalo por las siguientes razones. En particular, si la masa de la capa de RH representa menos de un 0,05% de la del imán, entonces habría una cantidad demasiado pequeña de elemento de tierras raras pesadas RH para difundirse de manera suficiente en el interior del imán. Sin embargo, si la masa de la capa de RH representa más de un 1,5% de la del imán, entonces la difusión intragranular prevalecería y la remanencia  $B_r$  podría disminuir.

Mediante este procedimiento, se provoca que el elemento de tierras raras pesadas RH se difunda en el interior del imán a través de la superficie y la fase de límite de grano bajo la fuerza de accionamiento que se ha generado debido al calor de la atmósfera y la diferencia de concentración de RH en la superficie del imán. En ese caso, se substituye una parte del elemento de tierras raras ligeras RL en la fase  $R_2Fe_{14}B$  por el elemento de tierras raras pesadas RH. Como resultado, se obtiene un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B, en el cual existe una zona en la que la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH disminuye en el orden de la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal, la fase rica en R cerca de la fase principal, y el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal.

De esta manera, determinando la composición de modo que el elemento de tierras raras pesadas RH tenga una concentración preferida, el coeficiente de temperatura de la coercitividad puede aumentarse con una pequeña cantidad de elemento de tierras raras pesadas RH añadido.

En lo sucesivo, se describirá una realización preferida de un procedimiento para producir un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de acuerdo con la presente invención.

#### Realización 1

En primer lugar, se dispone una aleación que incluye entre un 25% en masa y un 40% en masa de un elemento de tierras raras R, entre un 0,6% en masa y un 1,6% en masa de B (boro) y Fe e impurezas contenidas inevitablemente el resto. Una parte (como mucho, un 10% en masa) de R puede substituirse por un elemento de tierras raras pesadas RH, una parte de B puede substituirse por C (carbono) y una parte de Fe (un 50 % o menos) puede substituirse por otro elemento metálico de transición tal como Co o Ni. Para distintas finalidades, esta aleación puede contener aproximadamente entre un 0,01% en masa y aproximadamente un 1,0% en masa de por lo menos un elemento aditivo A 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.

Dicha aleación se realiza preferiblemente por enfriamiento de una masa fundida de una aleación de materiales mediante un proceso de colada en bandas, por ejemplo. En lo sucesivo se describirá un procedimiento de fabricación de una aleación solidificada rápidamente por colada en bandas.

En primer lugar, se funde una aleación de materiales con la composición descrita anteriormente mediante calentamiento por inducción dentro de una atmósfera de argón para realizar una masa fundida de la aleación de materiales. A continuación, esta masa fundida se mantiene caliente a aproximadamente 1350 °C y después se enfría mediante un proceso de rodillo único, obteniéndose de este modo un bloque de aleación a modo de escamas con un grosor de aproximadamente 0,3 mm. A continuación, el bloque de aleación así obtenido se pulveriza en escamas con un tamaño entre 1 mm y 10 mm antes de someterlo al siguiente proceso de pulverización de hidrógeno. Dicho procedimiento de fabricación de un material de aleación de colada en bandas se describe en la patente americana nº 5.383.978, por ejemplo.

#### Proceso de pulverización gruesa

A continuación, el bloque de aleación de materiales que ha sido pulverizado gruesamente en forma de copos se introduce en un horno de hidrógeno y después se somete a un proceso de decrepitación de hidrógeno (que, a veces, se denominará aquí "proceso de pulverización de hidrógeno") dentro del horno de hidrógeno. Cuando el proceso de pulverización de hidrógeno ha terminado, el polvo de aleación pulverizado gruesamente preferiblemente se saca del horno de hidrógeno en una atmósfera inerte con el fin de no quedar expuesto al aire. Esto debe evitar que el polvo pulverizado gruesamente se oxide o genere calor y eventualmente minimizaría el deterioro de las propiedades magnéticas del imán resultante.

Como resultado de este proceso de pulverización de hidrógeno, la aleación de tierras raras se pulveriza a tamaños de entre aproximadamente 0,1 mm y varios milímetros con un tamaño medio de partícula de 500 µm o menor. Después de la pulverización de hidrógeno, la aleación de materiales decrepitada se tritura preferiblemente además a unos tamaños más finos y se enfría. Si la aleación de materiales descargada todavía tiene una temperatura relativamente alta, entonces, la aleación debe enfriarse durante más tiempo.

#### Proceso de pulverización fina

A continuación, el polvo pulverizado gruesamente se pulveriza finamente con una máquina de pulverización de molino de chorro. A la máquina de pulverización de molino de chorro se conecta un ciclón clasificador para utilizarlo en esta realización preferida. La aleación de tierras raras que se ha pulverizado gruesamente en el proceso de pulverización gruesa (es decir, el polvo pulverizado gruesamente) se introduce en la máquina de pulverización de molino de chorro y se obtiene el polvo pulverizado adicionalmente mediante su pulverizador. El polvo, que ha sido pulverizado por el pulverizador, se conecta al ciclón clasificador. La aleación de tierras raras que se ha pulverizado gruesamente en el proceso de pulverización gruesa (es decir, el polvo pulverizado gruesamente) se introduce en la máquina de pulverización de molino de chorro y se obtiene el polvo pulverizado adicionalmente por su pulverizador. El polvo, que ha sido pulverizado por el pulverizador, se recoge a continuación en un depósito de recogida por medio del ciclón clasificador. De esta manera, puede obtenerse un polvo finamente pulverizado con tamaños de entre aproximadamente 0,1 µm y aproximadamente 20 µm (típicamente entre 3 µm y 5 µm). La máquina de pulverización para utilizarse en dicho proceso de pulverización fina 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 proceso de pulverización.

#### Proceso de compactación por presión

En esta realización preferida, al polvo magnético obtenido por el procedimiento descrito anteriormente se le añade un 0,3% en peso de lubricante y se mezcla con el mismo en un mezclador oscilante, por ejemplo, recubriendo así la superficie de las partículas de polvo de aleación con el lubricante. A continuación, el polvo magnético preparado mediante el procedimiento descrito anteriormente se compacta bajo un campo magnético de alineación utilizando una prensa conocida. El campo magnético de alineación a aplicar puede tener una resistencia entre 1,5 y 1,7 tesla (T), por ejemplo. Además, la presión de compactación se establece de manera que la pieza en verde tenga una densidad en verde de entre aproximadamente 4 g/cm<sup>3</sup> y aproximadamente 4,5 g/cm<sup>3</sup>.

#### Proceso de sinterización

El compacto en polvo que se ha descrito anteriormente preferiblemente se somete secuencialmente al proceso de mantener el compacto a una temperatura entre 650 °C y 1000 °C durante 10 a 240 minutos y después al proceso de sinterizar adicionalmente el compacto a una temperatura (entre 1000 °C y 1200 °C, por ejemplo) más elevada que en el proceso de mantenimiento. En particular, cuando se produce una fase líquida durante el proceso de sinterización (es decir, cuando la temperatura se encuentra en el intervalo entre 650 °C y 1000 °C), la fase rica en R en la fase de límite de grano comienza a fundirse para producir la fase líquida. A partir de entonces, el proceso de sinterización avanza para formar eventualmente un cuerpo de imán sinterizado. El cuerpo de imán sinterizado también puede someterse a un proceso de difusión de evaporación incluso si su superficie se ha oxidado tal como se ha descrito anteriormente. Por esa razón, el cuerpo de imán sinterizado puede someterse a un tratamiento de envejecimiento (a una temperatura entre 400 °C y 700 °C) o mecanizarse para ajustar su tamaño.

#### Proceso de difusión de evaporación

A continuación, se hace que el elemento de tierras raras pesadas RH se difunda y penetre eficazmente en el cuerpo de imán sinterizado así obtenido. Más específicamente, un cuerpo en masa de RH, incluyendo el elemento de tierras raras pesadas RH y un cuerpo de imán sinterizado se disponen en la cámara de procesamiento mostrada en la figura 2 y luego se calienta, difundiéndose así el elemento de tierras raras pesadas RH en el cuerpo de imán sinterizado mientras se suministra el elemento de tierras raras pesadas RH del cuerpo en masa de RH sobre la superficie del cuerpo de imán sinterizado. Opcionalmente, después de que haya terminado el proceso de difusión, puede llevarse a cabo un proceso de tratamiento térmico adicional. El proceso de tratamiento térmico adicional puede llevarse a cabo simplemente por tratamiento térmico del imán con una presión parcial de Ar aumentada hasta aproximadamente 500 Pa o más después del proceso de difusión de manera que el elemento de tierras raras pesadas RH no se vaporizará. Alternativamente, después de que el proceso de difusión haya terminado una vez, sólo puede llevarse a cabo el tratamiento térmico sin poner los cuerpos en masa de RH. La temperatura de procesamiento es preferiblemente entre 700 °C y 1100 °C, más preferiblemente entre 700 °C y menos de 1000 °C, e incluso más preferiblemente entre 800 °C y 950 °C. Si es necesario, podría llevarse a cabo un tratamiento de envejecimiento a una temperatura de entre 400 °C y 700 °C después de que haya terminado el proceso de difusión de evaporación.

En el proceso de difusión de esta realización preferida, la temperatura del cuerpo de imán sinterizado se establece preferiblemente igual o mayor que la del cuerpo en masa. Tal como se utiliza aquí, cuando la temperatura del cuerpo de imán sinterizado es igual o mayor que la del cuerpo en masa, significa que la diferencia de temperatura entre el cuerpo de imán sinterizado y el cuerpo en masa se encuentra en 20 °C. Específicamente, las temperaturas del cuerpo en masa de RH y el cuerpo de imán sinterizado se encuentran ambas preferiblemente dentro del intervalo entre 700 °C y 1100 °C. Además, el espacio entre el cuerpo de imán sinterizado y el cuerpo en masa de RH debe estar en el intervalo entre 0,1 mm y 300 mm, preferiblemente entre 3 mm y 100 mm, y más preferiblemente entre 4 mm y 50 mm, tal como se ha descrito anteriormente.

También, la presión del gas atmosférico durante el proceso de difusión de evaporación se encuentra preferiblemente dentro del intervalo entre  $10^{-5}$  Pa y 500 Pa. A continuación, el proceso de difusión de evaporación puede llevarse a cabo sin problemas con la vaporización (sublimación) del cuerpo en masa de RH avanzada adecuadamente. Para llevar a cabo el proceso de difusión de evaporación de una manera eficiente, la presión del gas atmosférico se encuentra preferiblemente dentro del intervalo entre  $10^{-3}$  Pa y 1 Pa. Además, el tiempo para mantener las temperaturas del cuerpo en masa de RH y el cuerpo de imán sinterizado dentro del intervalo entre 700 °C y 1100 °C es preferiblemente entre 10 y 600 minutos. Cabe señalar que el "tiempo para mantener las temperaturas" se refiere a un periodo en el que el cuerpo en masa de RH y el cuerpo de imán sinterizado tienen temperaturas que varían en el intervalo entre 700 °C y 1100 °C y presiones que varían en el intervalo entre  $10^{-5}$  Pa y 500 Pa y no se refiere necesariamente a un periodo en el que el cuerpo en masa de RH y el cuerpo de imán sinterizado tienen sus temperaturas y presiones fijas a una temperatura particular y a una presión particular.

Cabe señalar que el cuerpo en masa no tiene por qué estar realizado de un solo elemento, sino que puede incluir una aleación de un elemento de tierras raras pesadas RH y un elemento X, que es por lo menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Nd, Pr, La, Ce, Al, Zn, Sn, Cu, Co, Fe, Ag e In. Dicho elemento X disminuiría el punto de fusión de la fase de límite de grano y sería de esperar que favoreciera la difusión del límite de grano del elemento de tierras raras pesadas RH.

En la práctica, el cuerpo de imán sinterizado que ha pasado por el proceso de difusión de evaporación se somete preferiblemente a un tratamiento superficial, que puede ser uno conocido tal como evaporación de Al, recubrimiento de Ni eléctrico o revestimiento de resina. Antes del tratamiento superficial, el cuerpo de imán sinterizado también puede someterse a un tratamiento previo conocido, tal como un proceso de abrasión por chorro de arena, un proceso de abrasión de barril, un proceso de grabado o trituración mecánica. Opcionalmente, después del proceso de difusión, el cuerpo de imán sinterizado puede molerse para ajustar su tamaño. Incluso después de haber pasado por cualquiera de estos procesos, la coercitividad también puede aumentarse casi tan eficazmente como siempre. Con el fin de ajustar el tamaño, el cuerpo de imán sinterizado se muele preferiblemente hasta una profundidad entre 1  $\mu$ m y 300  $\mu$ m, más preferiblemente hasta una profundidad entre 5  $\mu$ m y 100  $\mu$ m, y aún más preferiblemente a una profundidad entre 10  $\mu$ m y 30  $\mu$ m.

## Realización 2

La primera mitad de un proceso de fabricación como segunda realización preferida de la presente invención, que incluye la sinterización y sus etapas de procesamiento anteriores, es la misma que la de la primera realización preferida descrita anteriormente. Por lo tanto, la siguiente descripción se centrará solamente en las etapas de proceso que son diferentes de la primera realización preferida descrita anteriormente.

### Deposición de película + proceso de difusión

Opcionalmente, en lugar del proceso de difusión de evaporación que se ha descrito anteriormente, puede depositarse una capa de M y una capa de RH y después puede llevarse a cabo el proceso de difusión.

En primer lugar, una capa de un metal M y una capa de un elemento de tierras raras pesadas RH se depositan en este orden sobre la superficie de un cuerpo de imán sinterizado. La capa metálica puede estar formada por cualquier proceso de deposición. Por ejemplo, puede adoptarse una de varias técnicas de deposición de capa fina, tales como un proceso de evaporación al vacío, un proceso de pulverización catódica, un proceso de recubrimiento iónico, un proceso de deposición de vapor iónico (IND), un proceso de deposición de vapor electroquímico (EVD) y un proceso de inmersión.

Para difundir el metal M desde la capa de metal y el elemento de tierras raras pesadas RH más profundamente en el interior del imán, el tratamiento térmico se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura que es igual o mayor que el punto de fusión del metal M, pero menor de 1000 °C. Si es necesario, el tratamiento térmico puede llevarse a cabo en dos etapas, tal como se ha descrito anteriormente. Es decir, primero puede calentarse el imán a una temperatura que sea igual o mayor que el punto de fusión del metal M para favorecer la difusión del metal M preferiblemente.

Después de eso, puede realizarse el tratamiento térmico para provocar la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH. En este caso, se utiliza preferiblemente Al como metal M.

5 Al llevar a cabo dicho tratamiento térmico, el metal M puede favorecer la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH. Es decir, con el metal M, el elemento de tierras raras pesadas RH puede difundirse de manera más eficiente en el interior del imán. Como resultado, con una pequeña cantidad del elemento de tierras raras pesadas RH añadido, puede aumentarse al mismo tiempo no sólo la coercitividad sino también el coeficiente de temperatura.

10 EJEMPLOS

Ejemplo 1

15 En primer lugar, se prepararon unas aleaciones mediante un proceso de colada en banda de manera que presentaban las composiciones mostradas en la siguiente Tabla 1 (en la que la unidad es % en masa), produciéndose unas delgadas escamas de aleación con un grosor entre 0,2 mm y 0,3 mm.

Tabla 1

Muestra	Nd	Dy	B	Co	Al	Cu	Fe
1	32,0	0					
2	29,5	2,5					
3	27,0	5,0	1,00	0,90	0,15	0,10	Resto
4	24,5	7,5					
5	22,0	10,0					
6	31,5	0,5					
7	29,0	3,0					
8	26,5	5,5	1,00	0,90	0,15	0,10	Resto
9	24,0	8,0					
10	21,5	10,5					

20 A continuación, se introdujo en un recipiente esas delgadas escamas de aleación y luego se introdujeron en un pulverizador de hidrógeno, el cual se llenó con una atmósfera de gas hidrógeno a una presión de 500 kPa. De esta manera, el hidrógeno fue absorbido a las delgadas escamas de aleación a temperatura ambiente y luego desorbido. Realizando tal proceso de hidrógeno, las delgadas escamas de aleación fueron decrepitadas para obtener un polvo en formas indefinidas con tamaños de entre aproximadamente 0,15 mm y aproximadamente 0,2 mm.

25 Posteriormente, se añadió un 0,05% en peso de estearato de zinc como ayuda para la pulverización al polvo pulverizado gruesamente obtenido mediante el procedimiento de hidrógeno y después la mezcla se pulverizó con un molino de chorro para obtener un polvo fino con un tamaño de aproximadamente 3 µm.

30 El polvo fino así obtenido se compactó con una prensa para hacer un polvo compacto. Más específicamente, las partículas de polvo se comprimieron y se compactaron mientras era alineada con un campo magnético aplicado. A continuación, el polvo compacto se introdujo en la prensa y luego se sometió a un proceso de sinterización a 1020 °C durante cuatro horas en un horno de vacío, obteniéndose así bloques sinterizados, que después se mecanizaron y se cortaron en cuerpos de imán sinterizado con un grosor de 3 mm, una longitud de 10 mm y una anchura de 10 mm.

35 Los cuerpos de imán sinterizado que representan las muestras nº 1 a nº 5 mostradas en la Tabla 1 se limpiaron con ácido con una solución acuosa de ácido nítrico al 0,3%, se secaron, y luego se colocaron en un recipiente de proceso con la configuración mostrada en la figura 2. El recipiente de proceso para utilizarse en esta realización preferida era de Mo e incluía un elemento para sostener una pluralidad de cuerpos de imán sinterizado y un elemento para sostener dos cuerpos en masa de RH. Se dejó un espacio de entre aproximadamente 5 mm y aproximadamente 9 mm entre los cuerpos de imán sinterizado y los cuerpos en masa de RH. Los cuerpos en masa de RH eran de Dy con una pureza de un 99,9% y presentaban unas dimensiones de 30 mm x 30 mm x 5 mm.

40 A continuación, el recipiente de proceso que se muestra en la figura 2 se calentó en un horno de tratamiento térmico al vacío para llevar a cabo un proceso de difusión de evaporación, el cual se realiza elevando la temperatura a una presión de  $1 \times 10^{-2}$  Pa y manteniendo la temperatura a 900 °C durante una a tres horas por lo que la concentración de Dy introducido en cada una de las muestras nº 1 a nº 5 se convirtió en un 0,5 % en masa. Después del proceso de difusión de evaporación, se realizó un tratamiento de envejecimiento a 500 °C durante 120 minutos bajo una presión de 2 Pa.

5 Cada una de las muestras nº 1 a nº 5 fue magnetizada con impulsos con una intensidad de 3 MA/m y después se evaluó su rendimiento magnético (incluyendo su remanencia  $B_r$  y coercitividad  $H_{cJ}$ ) a 20 °C y 140 °C. Por otra parte, en cuanto a las muestras nº 6 a nº 10, se evaluó su rendimiento magnético sometiéndolas solamente a un tratamiento de envejecimiento, sin realizar un proceso de difusión de evaporación. Los resultados se muestran en la siguiente Tabla 2. Las concentraciones de Dy se obtuvieron como valores analizados de ICP en ambos de los ejemplos específicos de la presente invención y los ejemplos comparativos.

Tabla 2

	Muestras	Difusión de evaporación	Concentración de Dy x (% en masa)	$H_{cJ}$ (kA/m)		Coeficiente de temperatura y (%/°C) de $H_{cJ}$
				20 °C	40 °C	
Ejemplos	1	Sí	0,5	1380	500	-0,53
	2		3,0	1810	745	-0,49
	3		5,5	2190	1010	-0,45
	4		8,0	2520	1270	-0,41
	5		10,5	2850	1560	-0,38
Ejemplos comparativos	6	NO	0,5	1070	325	-0,58
	7		3,0	1480	520	-0,54
	8		5,5	1880	750	-0,50
	9		8,0	2250	1010	-0,46
	10		10,5	2600	1260	-0,43

10 Tal como puede apreciarse en la Tabla 2, las muestras nº 1 a nº 5, que se habían sometido al proceso de difusión de evaporación de la presente invención, tenían coercitividades  $H_{cJ}$  mucho más altas que los Ejemplos Comparativos nº 6 a nº 10. También, a la misma concentración de Dy, la coercitividad tenía un mayor coeficiente de temperatura. Como resultado, la coercitividad a 140 °C aumentó. Sin embargo, suponiendo que las condiciones del tratamiento térmico son las mismas, si la concentración de Dy aumenta en el cuerpo de imán sinterizado que aún se ha de someter al proceso de difusión de evaporación, entonces la cantidad de Dy a difundir disminuirá. Como resultado, la magnitud del aumento de la coercitividad  $H_{cJ}$  o el coeficiente de temperatura será menor que las muestras que incluyen Dy en concentraciones más bajas. Sin embargo, los presentes inventores descubrieron y confirmaron por medio de experimentos adicionales que incluso en un cuerpo de imán sinterizado que incluya una gran cantidad de Dy, la magnitud del aumento podría ser no menor que la del que incluye Dy optimizando el tiempo de proceso y la temperatura.

25 Mientras, utilizando un DF-STEM (específicamente, CM200 producido por FEI y Genesis 2000 producido por Edax), se estimó cuánto Dy se difundía dentro del imán. En este caso, para eliminar la influencia del Fe de acuerdo con el proceso de EDX, se observó el Dy con un rayo  $M\alpha$ , no con un rayo  $L\alpha$ .

30 La figura 3 (a) es una fotografía TEM que muestra una sección transversal de un cuerpo de imán sinterizado que representa la Muestra nº 1 a una profundidad de 100  $\mu\text{m}$  bajo la superficie, mientras que la figura 3 (b) es una fotografía que muestra un resultado de mapear el elemento Dy a esa zona. En la figura 3 (a), los puntos nº 1, nº 2, nº 3 y nº 4 representan los sitios de un núcleo (zona interior) de los granos de fase principal, una periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal, una fase rica en R, y una fase de óxido de R. Y la figura 3 (c) es una fotografía que muestra cómo se verá la fotografía que se muestra en la figura 3 (b) en un campo de visión más amplio. Puede observarse que, al igual que para la muestra nº 1, el Dy no se encuentra situado en el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal, sino que se distribuye en la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal y la fase rica en R.

40 Los presentes inventores también obtuvieron un mapa del elemento Dy a una profundidad de 300  $\mu\text{m}$  bajo la superficie del cuerpo de imán sinterizado que representa la muestra nº 1. Como resultado, se confirmó también que la concentración de Dy disminuyó en el orden de la fase de óxido de R, la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal, la fase rica en R y el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal como en la figura 3 (b).

45 Las concentraciones Dy se midieron en respectivos sitios en muestras nº 1 y nº 3. Los resultados se muestran en la siguiente Tabla 3:

Tabla 3

	Concentración x de Dy (% en masa)			
	periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal	núcleo (zona interior) de los granos de fase principal	Fase rica en R	Fase de óxido de R
Muestra 1	10,0	0,2	2,9	15,5
Muestra 2	14,6	5,3	6,9	19,0

A partir de esta Tabla 3 puede observarse que, de acuerdo con la presente invención, el Dy se distribuye de manera que sus concentraciones en los sitios respectivos satisfacen la desigualdad:

5 Fase de óxido de R > periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal > fase rica en R > núcleo (zona interior) de los granos de fase principal.

10 Mediante la difusión del elemento de tierras raras pesadas RH a través de la superficie de un cuerpo de imán sinterizado y su distribución de manera que las respectivas fases constituyentes del imán forman un perfil de concentración preferida, puede aumentarse el coeficiente de temperatura de la coercitividad, y puede obtenerse un imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B con una buena resistencia térmica, incluso con una pequeña cantidad de elemento de tierras raras pesadas RH añadido a todo el imán.

15 Ejemplo 2

Se preparó una aleación mediante el proceso de colada en bandas de manera que tuviera una composición que consistía en un 26,0% en masa de Nd, un 6,0% en masa de Pr, un 1,00% en masa de B, un 0,9% en masa de Co, un 0,1% en masa de Cu, un 0,2% en masa de Al y siendo Fe el resto, produciéndose así unas delgadas escamas de aleación con grosores entre 0,2 mm y 0,3 mm.

25 A continuación, se introdujeron en un recipiente esas delgadas escamas de aleación y luego se introdujeron en un pulverizador de hidrógeno, el cual se llenó con una atmósfera de gas hidrógeno a una presión de 500 kPa. De esta manera, el hidrógeno fue absorbido a las delgadas escamas de aleación a temperatura ambiente y luego fue desorbido. Realizando tal proceso de hidrógeno, las delgadas escamas de aleación fueron decrepitadas para obtener un polvo de formas indefinidas con tamaños de entre aproximadamente 0,15 mm y aproximadamente 0,2 mm.

30 Después, se añadió un 0,05% en peso de estearato de zinc como ayuda para pulverizar el polvo pulverizado gruesamente obtenido mediante el procedimiento de hidrógeno y después la mezcla se pulverizó con un molino de chorro para obtener un polvo fino con un tamaño de aproximadamente 3 µm.

35 El polvo fino así obtenido se compactó con una prensa para hacer un polvo compacto. Más específicamente, las partículas de polvo se comprimieron y se compactaron mientras se alineaban con un campo magnético aplicado. A continuación, el polvo compacto se sometió a un proceso de sinterización a 1020 °C durante cuatro horas en un horno de vacío, obteniéndose así bloques sinterizados, que después se mecanizaron y se cortaron en cuerpos de imán sinterizado con un grosor de 3 mm, una longitud de 10 mm y una anchura de 10 mm.

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

45 En primer lugar, se evacuó la cámara de deposición del aparato de pulverización catódica para reducir su presión a  $6 \times 10^{-4}$  Pa, y después se suministró gas Ar de alta pureza con su presión mantenida a 1 Pa. A continuación, se aplicó una potencia de RF de 300 W entre los electrodos de la cámara de deposición, realizándose de este modo un proceso de pulverización catódica inversa en la superficie de los cuerpos de imán sinterizado durante cinco minutos. Este proceso de pulverización catódica inversa 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.

50 Posteriormente, se pulverizaron partículas de Al por el exterior de la superficie de un Al objetivo para depositar una capa de Al con un grosor de 1,0 µm sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado. A partir de entonces, las partículas de Dy se pulverizan por el exterior de la superficie de un Dy objetivo para depositar una capa de Dy a un grosor de 4,5 µm sobre la capa de Al. De esta manera se obtuvo la muestra nº 11, que representa un ejemplo específico de la presente invención.

55 Por otro lado, la muestra nº 12, que representa un ejemplo comparativo, se realizó de la misma manera que la muestra nº 11, excepto en que entre los electrodos de la cámara de deposición se aplicó una alimentación de

corriente continua de 500 W y una potencia de RF de 30 W para producir la pulverización sobre la superficie del objetivo Dy y el depósito de una capa de Dy a un grosor de 4,5  $\mu\text{m}$  sobre la superficie de los cuerpos de imán sinterizado.

5 A continuación, los cuerpos de imán sinterizado, incluyendo la pila de estas películas de metal sobre la superficie, se sometieron a un proceso de tratamiento térmico a 900 °C durante 120 minutos en una atmósfera de presión reducida de  $1 \times 10^{-2}$  Pa. Este proceso de tratamiento térmico se llevó a cabo para difundir los elementos metálicos de la pila de las películas metálicas más profundas dentro de los cuerpos de imán sinterizado a través del límite de grano. Después, los cuerpos de imán sinterizado se sometieron a un tratamiento de envejecimiento a 500 °C durante dos horas a 1 Pa. Mientras, también se realizó la muestra nº 13, que representa otro ejemplo comparativo, sometiendo los cuerpos de imán sinterizado a solamente un tratamiento de envejecimiento a 500 °C durante dos horas a 1 Pa sin depositar la película de metal del elemento M.

15 Estas muestras fueron magnetizadas con un campo de magnetización de impulsos con una fuerza de 3 MA/m y después se evaluó sus rendimientos magnéticos (incluyendo la remanencia  $B_r$  y la coercitividad  $H_{CJ}$ ) a 20 °C y 140 °C. En la siguiente Tabla 4 se muestran las propiedades magnéticas (incluyendo la coercitividad  $H_{CJ}$  y el coeficiente de temperatura) de la muestra nº 11, que representa un ejemplo específico de la presente invención, y las muestras nº 12 y nº 13, que representan ejemplos comparativos:

20 Tabla 4

Muestra	1ª capa (Capa M)			2ª capa (Capa de RH)			$H_{CJ}$ (kA/m)	Coeficiente de temperatura (% /°C)
	Elemento	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Añadido (% en masa)	Elemento	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Añadido (% en masa)		
11 (ejemplo)	Al	1,0	0,07	Dy	4,5	0,3	1430	-0,55
12 (ejemplo comparativo)				Dy	4,5	0,3	1320	-0,57
13 (ejemplo comparativo)							1010	-0,61

Tal como puede apreciarse fácilmente a partir de esta Tabla 4, se confirmó que, depositando una capa de Al en el interior de la capa de Dy y difundiendo Al, la coercitividad  $H_{CJ}$  y el coeficiente de temperatura ambos aumentaron en comparación con una situación donde sólo se depositó Dy.

25 Tales efectos ventajosos se lograron probablemente debido a que la difusión de Dy se habría visto favorecida por el Al y porque el Dy se habría impregnado selectivamente a través de la capa límite de grano cerca de la fase principal en el interior del imán. De este modo, los presentes inventores descubrieron que, incluso si se depositase un metal M de bajo punto de fusión (que es por lo menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Al, Ga, In, Sn, Pb, Bi, Zn y Ag) como primera capa, también podrían obtenerse efectos similares.

Ejemplo 3

35 En primer lugar, se prepararon unas aleaciones mediante un proceso de colada en banda de manera que presentaran las composiciones mostradas en la siguiente Tabla 5 (en la que la unidad es % en masa), obteniéndose delgadas escamas de aleación con un grosor entre 0,2 mm y 0,3 mm.

Tabla 5

Muestra	Nd	Dy	Tb	B	Co	Al	Cu	Fe
21	30,0	0	2	1,00	0,90	0,15	0,10	Resto
22	27,0	0	5					
23	29,0	3	0					
24	24,5	7,5	0					

40 A continuación, se introdujeron en un recipiente esas delgadas escamas de aleación y luego introdujeron en un pulverizador de hidrógeno, el cual se había llenado con una atmósfera de gas hidrógeno a una presión de 500 kPa. De esta manera, el hidrógeno fue absorbido a las delgadas escamas de aleación a temperatura ambiente y luego fue desorbido. Realizando un proceso de hidrógeno de este tipo, las delgadas escamas de aleación fueron decrepitadas para obtener un polvo de formas indefinidas con tamaños de entre aproximadamente 0,15 mm y aproximadamente 0,2 mm.



Posteriormente, se añadió un 0,05% en peso de estearato de zinc como ayuda para la pulverización al polvo gruesamente pulverizado obtenido mediante el procedimiento de hidrógeno y después la mezcla se pulverizó con un molino de chorro para obtener un polvo fino con un tamaño de aproximadamente 3 µm.

5 El polvo fino así obtenido se compactó con una prensa para hacer un polvo compacto. Más específicamente, las partículas de polvo se comprimieron y se compactaron mientras eran alineadas con un campo magnético aplicado. Después, el compacto en polvo se sacó de la prensa y después se sometió a un proceso de sinterización a una temperatura entre 1020 °C y 1040 °C durante cuatro horas en un horno de vacío, obteniéndose así bloques sinterizados, que después se mecanizaron y se cortaron en cuerpos de imán sinterizado con un grosor de 3 mm, una longitud de 10 mm y una anchura de 10 mm.

15 Los cuerpos de imán sinterizado representados por las muestras nº 21 a nº 24 mostrados en la Tabla 5 se limpiaron con ácido con una solución acuosa de ácido nítrico al 0,3%, se secaron, y después se dispusieron en un recipiente de proceso con la configuración mostrada en la figura 2. El recipiente de proceso para su utilizarse en esta realización preferida era de Mo e incluía un elemento para sostener una pluralidad de cuerpos de imán sinterizado y un elemento para sostener dos cuerpos en masa de RH. Se dejó un espacio de entre aproximadamente 5 mm y aproximadamente 9 mm entre los cuerpos de imán sinterizado y los cuerpos en masa de RH. Los cuerpos en masa de RH estaban realizados en Dy con una pureza de un 99,9% y tenían unas dimensiones de 30 mm x 30 mm x 5 mm.

20 A continuación, el recipiente de proceso que se muestra en la figura 2 se calentó en un horno de tratamiento térmico al vacío para llevar a cabo un proceso de difusión de evaporación, el cual se realiza elevando la temperatura a una presión de  $1 \times 10^{-2}$  Pa y manteniendo la temperatura a 900 °C durante de una a tres horas de modo que la concentración de Dy introducido en cada una de esas muestras nº 21 a nº 24 llegó a ser de un 0,5% en masa. Después del proceso de difusión de evaporación, se llevó a cabo un tratamiento de envejecimiento a 500 °C durante 120 minutos bajo una presión de 2 Pa.

30 Cada una de esas muestras nº 21 a nº 24 fue magnetizada con impulsos con una intensidad de 3 MA/m y después se evaluó su rendimiento magnético (incluyendo su remanencia  $B_r$  y coercitividad  $H_{cJ}$ ) a 20 °C y 140 °C. Se realizaron muestras adicionales de los mismos materiales que los ejemplos comparativos, pero solamente se sometieron a un tratamiento de envejecimiento sin Dy difundido en las mismas. Los resultados se muestran en la siguiente Tabla 6. Se obtuvieron las concentraciones de Dy y Tb como valores analizados de ICP en ambos de los ejemplos específicos de la presente invención y los ejemplos comparativos.

35 Tabla 6

	Muestras	Difusión por evaporación	Dy (% en masa)	Tb (% en masa)	$H_{cJ}$ (kA/m)		Coeficiente de temperatura
					20 °C	140 °C	
Ejemplos	211	Sí	0,5	2	1830	770	-0,48
	221		0,5	5	2590	1300	-0,41
	231		3,5	0	1860	780	-0,48
	241		8,0	0	2520	1270	-0,41
Ejemplos	212	NO	0	2	15020	530	-0,54
	222		0	5	2310	990	-0,47
	232		3,0	0	1480	520	-0,54
	242		7,5	0	2160	935	-0,47

40 Tal como puede apreciarse en la Tabla 6, las muestras nº 211 a nº 241, que habían sido sometidas al proceso de difusión de evaporación, presentaban unas coercitividades  $H_{cJ}$  mucho más elevadas que los ejemplos comparativos nº 212 al nº 242, sin importar cuánto Dy o Tb se incluyó en las mismas. Los presentes inventores también confirmaron que si la cantidad de Tb se multiplicaba por el factor de 1,5 y si los resultados se comparaban con  $(Dy + 1,5 Tb)$  (% en masa), los coeficientes de temperatura eran iguales que en una situación en la que sólo se añadió Dy como en las muestras nº 231 y nº 241.

45 También, al igual que para la muestra nº 1, se obtuvo un mapa del elemento Dy desde una profundidad de 100 µm bajo la superficie del cuerpo de imán sinterizado. Como resultado, los presentes inventores confirmaron que la concentración de Dy disminuyó en el orden de la fase de óxido de R, la periferia exterior (zona superficial) de los granos de fase principal, la fase rica en R, y el núcleo (zona interior) de los granos de fase principal como en la figura 3 (b).

50

Aplicabilidad industrial

5 De acuerdo con la presente invención, los granos de cristal de fase principal, en los que se ha aumentado la concentración de un elemento de tierras raras pesadas RH de manera eficiente en la periferia exterior del mismo, pueden producirse de manera eficiente, incluso profundamente en el interior de un cuerpo de imán sinterizado. Como resultado, se obtiene un imán de tierras raras, que todavía tiene un elevado coeficiente de temperatura y una buena resistencia térmica incluso si se reduce la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH. En consecuencia, el imán de la presente invención puede utilizarse eficazmente en motores EPS y HEV, que estarán en creciente demanda en un futuro próximo.

10

**REIVINDICACIONES**

5 1. Imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B que comprende, como fase principal, granos de cristal de un compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  que incluye Nd, que es un elemento de tierras raras ligeras, como elemento de tierras raras R principal,

en el que el imán incluye un elemento de tierras raras pesadas RH que es por lo menos uno de Dy y Tb que se ha introducido a través de la superficie del imán sinterizado por difusión,

10 en el que el imán presenta una zona en la que la concentración del elemento de tierras raras pesadas RH en una fase rica en R de límite de grano es menor que en la superficie de los granos de cristal del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$  pero mayor que en el núcleo de los granos de cristal del compuesto de tipo  $R_2Fe_{14}B$ , y

15 en el que si las concentraciones de los elementos de tierras raras pesadas Dy y Tb en el imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B es  $x_1$  (% en masa) y  $x_2$  (% en masa), respectivamente, y si el coeficiente de temperatura de una coercitividad media  $H_{CJ}$  de 20 °C a 140 °C es  $y$  (%/ °C), el imán cumple la desigualdad:

$$0,015 \times (x_1 + 1,5 \times x_2) - 0,57 \leq y \leq 0,023 \times (x_1 + 1,5 \times x_2) - 0,50.$$

20 2. Imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado en el que la zona se encuentra situada a una profundidad de 100  $\mu m$  bajo la superficie del cuerpo de imán sinterizado.

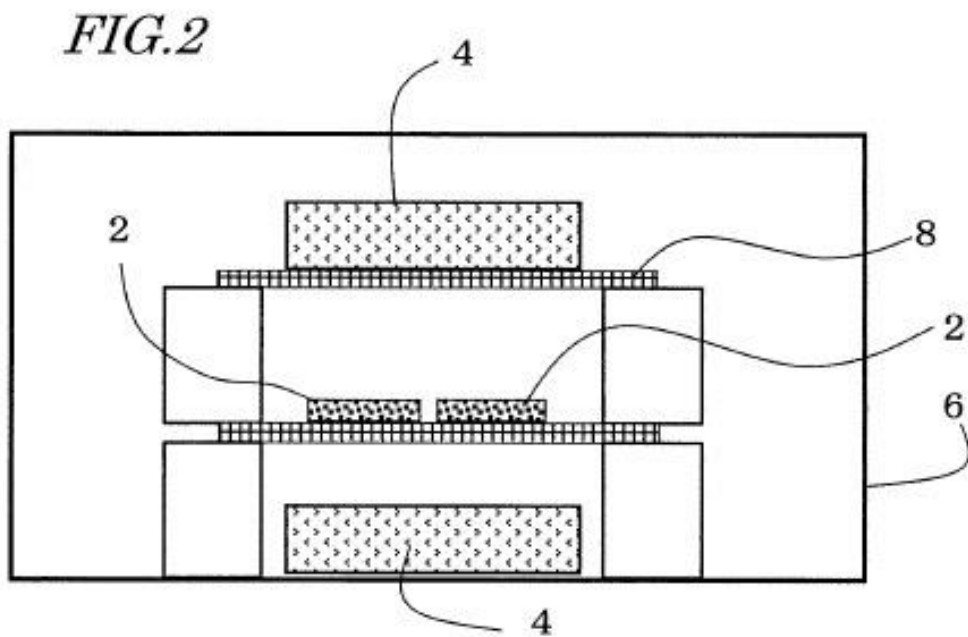
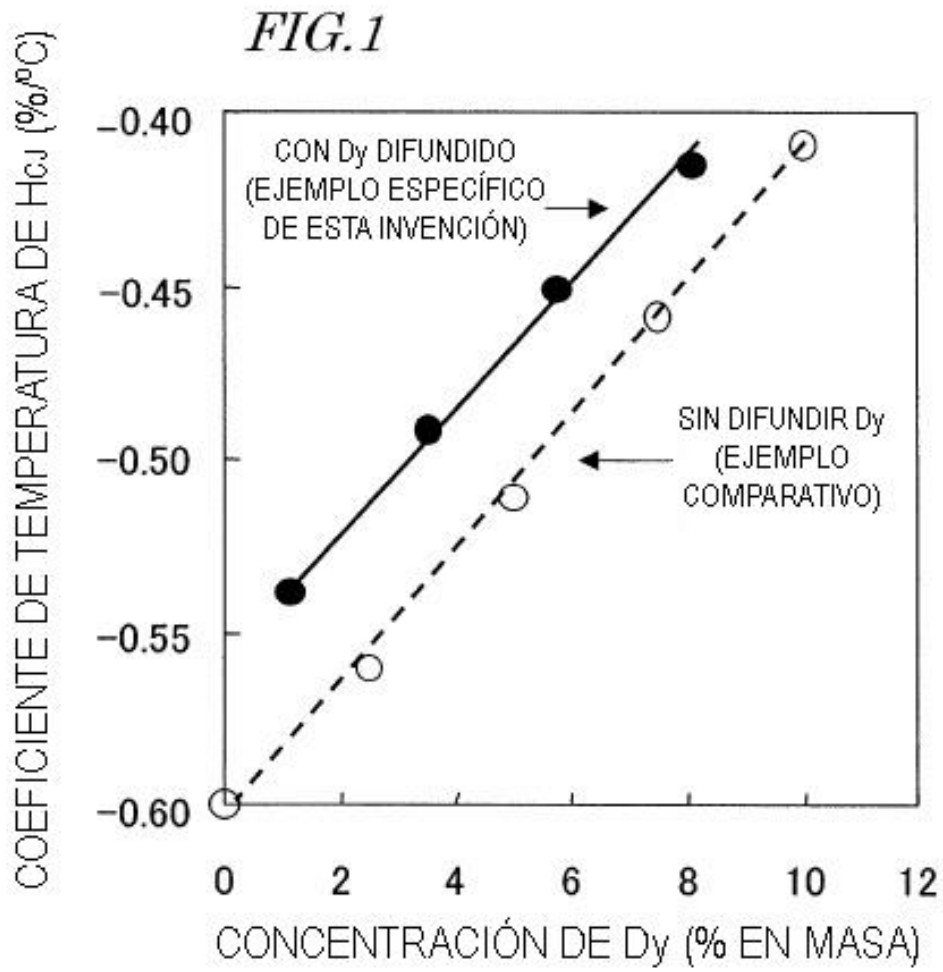


FIG.3

