

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 661 192**

51 Int. Cl.:

H01F 41/02	(2006.01)
H01F 1/08	(2006.01)
H01F 7/02	(2006.01)
H02K 1/27	(2006.01)
H02K 15/03	(2006.01)
H01F 1/057	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.11.2009 PCT/JP2009/070010**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.06.2010 WO10064578**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2009 E 09830345 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.12.2017 EP 2254131**

54 Título: **Método de fabricación de un imán a base de Nd sinterizado**

30 Prioridad:

04.12.2008 JP 2008309338

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

27.03.2018

73 Titular/es:

**SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)
6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-0004 , JP**

72 Inventor/es:

**MIYATA KOJI;
MINOWA TAKEHISA;
NAKAMURA HAJIME;
HIROTA KOICHI y
HONSHIMA MASAKATSU**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 661 192 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

Método de fabricación de un imán a base de Nd sinterizado

5 **Campo técnico**

Esta invención se refiere a un imán a base de Nd sinterizado que se incrementa en fuerza coercitiva mientras se suprime una disminución de la remanencia (o densidad de flujo residual), y un método para preparar el mismo, y más específicamente, a un imán a base de Nd sinterizado adecuado para su uso en máquinas rotatorias de imán permanente capaces de una rotación a alta velocidad, tales como motores de vehículos eléctricos, generadores de energía y motores FA, y un método para preparar el mismo.

Antecedentes de la técnica

15 En virtud de sus excelentes propiedades magnéticas, los imanes basados en Nd sinterizados encuentran una gama cada vez mayor de aplicación. En el campo de las máquinas rotatorias, tales como los motores y los generadores de energía, se han desarrollado recientemente máquinas rotatorias de imán permanente que usan imanes basados en Nd sinterizados en respuesta a las demandas de reducción de peso y perfil, mejora del rendimiento y ahorro de energía.

20 Los imanes permanentes dentro de la máquina rotatoria se exponen a una temperatura elevada debido a la generación de calor de los devanados y los núcleos de hierro y se mantienen susceptibles a la desmagnetización por un campo magnético de dirección opuesta a la de los devanados. Por lo tanto, existe la necesidad de un imán a base de Nd sinterizado que tenga una resistencia térmica, un cierto nivel de fuerza coercitiva que sirva como índice de resistencia a la desmagnetización, y una remanencia máxima que sirva como índice de magnitud de la fuerza magnética.

Se conocen varios métodos para mejorar la fuerza coercitiva.

30 Un aumento de la remanencia de los imanes basados en Nd sinterizados puede lograrse aumentando el factor de volumen del compuesto $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ y mejorando la orientación del cristal. Con este fin, se han realizado una serie de modificaciones en el proceso. Para aumentar la fuerza coercitiva, se conocen diferentes enfoques que incluyen el refinamiento del grano, el uso de composiciones de aleación con mayores contenidos de Nd y la adición de elementos efectivos. El enfoque más común actualmente es usar composiciones de aleación en las que el Dy o el Tb sustituyen a parte del Nd. La sustitución de estos elementos por Nd en el compuesto $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ aumenta tanto el campo magnético anisotrópico como la fuerza coercitiva del compuesto. La sustitución con Dy o Tb, por otro lado, reduce la polarización magnética de saturación del compuesto. Por lo tanto, siempre que se tome el enfoque anterior para aumentar la fuerza coercitiva, es inevitable una pérdida de remanencia.

40 En los imanes basados en Nd sinterizados, la fuerza coercitiva se produce por la magnitud de un campo magnético externo creado por los núcleos de dominios magnéticos inversos en los límites de grano. La formación de núcleos de dominios magnéticos inversos está dictada en gran medida por la estructura del límite de grano de tal manera que cualquier desorden de la estructura del grano en la proximidad del límite invita a la alteración de la estructura magnética, ayudando a la formación de dominios magnéticos inversos. En general, se cree que una estructura magnética que se extiende desde el límite del grano hasta una profundidad de aproximadamente 5 nm contribuye a un aumento de la fuerza coercitiva. Véase el documento no de patente 1: KD Durst y H. Kronmuller, "THE COERCIVE FIELD OF SINTERED AND MELT-SPUN NdFeB MAGNETS", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 68 (1987), 63-75.

50 Los inventores han descubierto que cuando una ligera cantidad de Dy o Tb se concentra solamente en la proximidad de la interfaz de los granos para aumentar de este modo el campo magnético anisotrópico solo en proximidad de la interfaz, la fuerza coercitiva puede aumentarse mientras se suprime una disminución de la remanencia (Documento de patente 1: JP-B H05- 31807). Además, los inventores han establecido un método para producir un imán que comprende preparar por separado una aleación de composición del compuesto $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ y una aleación rica en Dy o Tb, mezclar y sinterizar (Documento de patente 2: JP-A H05- 21218). En este método, la aleación rica en Dy o Tb se convierte en una fase líquida durante la etapa de sinterización y se distribuye con el fin de circundar el compuesto $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Como resultado, la sustitución de Dy o Tb por Nd ocurre solo en la proximidad de los límites de grano del compuesto, lo que es efectivo para aumentar la fuerza coercitiva a la vez que se suprime una disminución de la remanencia.

60 Sin embargo, el método anterior adolece de algunos problemas. Ya que una mezcla de dos polvos finos de aleación se sinteriza a una temperatura tan alta como 1000 - 1100 °C, el Dy o el Tb tiende a difundirse no solo en la interfaz de los granos de cristal del $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, sino también en el interior de los mismos. Una observación de la estructura de un imán realmente producido revela que el Dy o el Tb se han difundido en una capa de superficie de límite de grano a una profundidad de aproximadamente 1 a 2 micrómetros desde la interfaz, y la región difundida representa una fracción de volumen del 60 % o superior. A medida que la distancia de difusión en los granos de cristal se hace más

larga, la concentración de Dy o Tb en la proximidad de la interfaz se hace más pequeña. La reducción de la temperatura de sinterización es efectiva para minimizar la difusión excesiva en los granos de cristal, pero no es prácticamente aceptable debido a que las bajas temperaturas retardan la densificación por sinterización. Un enfoque alternativo para sinterizar un compacto a baja temperatura bajo una presión aplicada por una prensa caliente o similar tiene éxito en la densificación, pero implica una caída extrema de la productividad.

Otro método para aumentar la fuerza coercitiva se conoce en la técnica, método que comprende el mecanizado de un imán sinterizado en un tamaño pequeño, la aplicación de Dy o Tb a la superficie del imán por deposición electrolítica, y el tratamiento de calor del imán a una temperatura inferior que la temperatura de sinterización para hacer que el Dy o el Tb se difundan solo en los límites de grano. Véase el documento no de patente 2: K.T. Park, K. Hiraga y M. Sagawa, "Effect of Metal-Coating and Consecutive Heat Treatment on Coercivity of Thin Nd-Fe-B Sintered Magnets", Proceedings of the Sixteen International Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applications, Sendai, pág. 257 (2000), y el documento no de patente 3: K. Machida, H. Kawasaki, S. Suzuki, M. Ito y T. Horikawa, "Grain Boundary Tailoring of Nd-Fe-B Sintered Magnets and Their Magnetic Properties" Proceedings of the 2004 Spring Meeting of the Powder & Powder Metallurgy Society, pág. 202. Ya que el Dy o el Tb se concentran más eficazmente en los límites de grano, este método tiene éxito en aumentar la fuerza coercitiva sin un sacrificio sustancial de la remanencia. Este método puede aplicarse solo a imanes de pequeño tamaño o calibre fino, ya que como el imán tiene un área de superficie específica más grande, es decir, como el imán es de menor tamaño, hay disponible una mayor cantidad de Dy o Tb. Sin embargo, la aplicación del recubrimiento de metal por deposición electrolítica plantea el problema de una productividad baja.

El documento de patente 3: WO 2006/043348A1 desvela unos medios para mejorar eficazmente la fuerza coercitiva que han resuelto los problemas anteriores y se prestan a la producción en masa a gran escala. Cuando un cuerpo del imán R^1 -Fe-B sinterizado, normalmente un cuerpo del imán Nd-Fe-B sinterizado se calienta en la presencia de un polvo sobre su superficie, comprendiendo el polvo uno o más de óxidos R^2 , fluoruros R^3 y oxifluoruros R^4 (en los que cada uno de R^1 a R^4 es uno o más elementos seleccionados de entre unos elementos de tierras raras que incluyen Y y Sc), los R^2 , R^3 o R^4 contenidos en el polvo se absorben en el cuerpo del imán, por lo que se aumenta la fuerza coercitiva mientras se suprime significativamente una disminución de la remanencia. Específicamente, cuando se usa fluoruro R^3 u oxifluoruro R^4 , el R^3 o R^4 se absorbe eficazmente en el cuerpo del imán junto con fluorita, dando como resultado un imán sinterizado que tiene una alta remanencia y un alta fuerza coercitiva. En el Documento de patente 3, ya que el tratamiento de absorción se realiza sobre la superficie del imán, el cuerpo del imán a tratar se prepara mecanizando un bloque de imán sinterizado con una forma predeterminada. Las dimensiones del cuerpo del imán no están específicamente limitadas. La patente describe: "La cantidad de R^2 , R^3 o R^4 absorbida en el cuerpo del imán a partir del polvo depositado sobre la superficie del imán y que comprende al menos uno de entre óxido R^2 , fluoruro R^3 y oxifluoruro R^4 , aumenta a medida que el área de superficie específica del cuerpo del imán es más grande, es decir, el tamaño del mismo es menor. Por esta razón, el cuerpo del imán incluye un lado máximo que tiene una dimensión de hasta 100 mm, preferentemente hasta 50 mm, y más preferentemente hasta 20 mm, y un lado que tiene una dimensión de hasta 10 mm, preferentemente de hasta 5 mm, y más preferentemente de hasta 2 mm en la dirección de anisotropía magnética. Más preferentemente, la dimensión en la dirección de anisotropía magnética es de hasta 1 mm. Esto pretende un tratamiento de absorción sobre una región más amplia del cuerpo del imán. En el ejemplo, un cuerpo del imán que se ha mecanizado hasta la forma final se somete a un tratamiento de absorción. Sin embargo, en la máquina rotatoria de imán permanente, el área susceptible a la desmagnetización es solo una parte del imán, lo que sugiere que la parte de la alta fuerza coercitiva no necesita necesariamente tener en cuenta la región principal de un cuerpo del imán. El acabado de la forma final significa que se deben manipular los cuerpos de imanes pequeños, lo que da lugar al problema de que la eficacia del proceso no aumenta debido a la dificultad de manejo.

Se toma un ejemplo para ilustrar que el área susceptible a la desmagnetización en la máquina rotatoria de imán permanente está localizada en lugar de estar en la totalidad del imán. En los servomotores de CA, por ejemplo, se usa una máquina rotatoria de imán permanente con un entrehierro radial como se ilustra en la figura 4. Esta máquina rotatoria de imán permanente comprende un rotor 3 que incluye un núcleo de rotor 1 y unos segmentos de imán permanente 2 unidos a la superficie del núcleo, y un estator 13 que rodea el rotor 3 para definir un espacio entre los mismos e incluye un núcleo de estator 11 que tiene una pluralidad de ranuras y bobinas 12 enrolladas en los dientes. En la máquina rotatoria de imán permanente ilustrada en la figura 4, el número de polos de imán permanente es de seis (6), el número de dientes es nueve (9) y la flecha asociada con un segmento de imán permanente indica una dirección de magnetización de los mismos. Con respecto a los segmentos de imán permanente, la orientación magnética se efectúa en un campo magnético paralelo de tal manera que una dirección de fácil magnetización es paralela al eje central del segmento de imán. Las bobinas se enrollan en los dientes como un devanado concentrado y se conectan en una conexión en Y de tres fases: las fases U, V y W. El círculo sólido de una bobina indica que la dirección de bobinado de la bobina es hacia adelante y la cruz (X) de una bobina indica que la dirección de bobinado de la bobina es hacia atrás, con respecto al plano del papel.

En los servomotores de CA y en motores similares que requieren un control de par motor de alta precisión, el par motor debe tener menos ondulaciones. Por consiguiente, se desea que cuando los imanes permanentes rotan, la alineación de las ranuras del estator y los imanes permanentes provoquen el desarrollo de un par motor de engrane debido a las variaciones de la distribución de flujo magnético a través del hueco (es decir, un par motor sin flujo de

corriente a través de la bobina) o que se produzcan ondulaciones del par motor cuando se accionan por la corriente que fluye a través de la bobina. Las ondulaciones del par motor exacerban la controlabilidad y, adicionalmente, provocan ruido. El par motor de engrane puede reducirse configurando un segmento de imán permanente con una forma de sección transversal que se ahúsa desde el centro hacia los extremos transversales como se muestra en la figura 4. Con esta configuración, la parte de extremo de un segmento de imán permanente que es un área de interruptor de polo magnético que desarrolla una variación notable de la distribución de flujo magnético produce una distribución de flujo magnético suavizada, reduciendo el par motor de engrane.

Cuando la corriente eléctrica fluye a través de las bobinas, los campos magnéticos se desarrollan en las direcciones de las flechas anchas representadas en la región de núcleo del estator, de tal manera que el rotor se hace rotar en el sentido contrario a las agujas del reloj. En este punto, un área posterior de un segmento de imán permanente en la dirección de rotación (un área en círculo en la figura 4) está en una situación susceptible a la desmagnetización debido a que el campo magnético está en una dirección opuesta a la magnetización del segmento de imán permanente. La desmagnetización no solo reduciría el par motor de accionamiento, sino que también daría lugar al problema del aumento del par motor de engrane debido al campo magnético localmente desigual.

El documento de patente 4: EP 1895636 describe una máquina rotatoria de imán permanente en la que el núcleo del rotor contiene un número de segmentos de imán obtenidos disponiendo un polvo que contiene un óxido, un fluoruro, o un oxifluoruro de un elemento de tierras raras que incluyen Sc y Y, en un cuerpo de imán de R-Fe-B sinterizado y calentando el cuerpo de imán recubierto. Los segmentos de imán tienen una forma de sección transversal ahusada en la que la fuerza coercitiva es más alta en los extremos que en el centro.

Lista de citas

DOCUMENTO DE PATENTE

Documento de patente 1: JP-B H05-31807
 Documento de patente 2: JP-A H05-21218
 Documento de patente 3: WO 2006/043348A1
 Documento de Patente 4: EP 1895636

DOCUMENTO NO PATENTE

Documento no de patente 1:

K.D. Durst y H. Kronmuller, "THE THE COERCIVE FIELD OF SINTERED AND MELT-SPUN NdFeB MAGNETS", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 68 (1987), 63-75

Documento no de patente 2:

K.T. Park, K. Hiraga y M. Sagawa, "Effect of Metal-Coating and Consecutive Heat Treatment on Coercivity of Thin Nd-Fe-B Sintered Magnets", Proceedings of the Sixteen International Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applications, Sendai, pág. 257 (2000)

Documento no de patente 3:

K. Machida, H. Kawasaki, S. Suzuki, M. Ito y T. Horikawa, "Grain Boundary Tailoring of Nd-Fe-B Sintered Magnets and Their Magnetic Properties", Proceedings of the 2004 Spring Meeting of the Powder & Powder Metallurgy Society, pág. 202

Sumario de la invención

Problemas a resolver por la invención

Un objetivo de la invención, que aborda los problemas de la técnica anterior expuestos anteriormente, es proporcionar un imán a base de Nd sinterizado que incluye una región susceptible a la desmagnetización que tiene una alta fuerza coercitiva y tiene una productividad en masa de tal manera que es adecuado para su uso en máquinas rotatorias de imán permanente, y un método para preparar el mismo.

Medios para resolver los problemas

Como se ha descrito anteriormente, el imán permanente usado en una máquina rotatoria de imán permanente incluye una región susceptible a la desmagnetización que se localiza. Sería deseable que la región susceptible a la desmagnetización del imán permanente usado en una máquina rotatoria de imán permanente se mejore en fuerza coercitiva.

Los inventores han descubierto que proporcionando un bloque de imán a base de Nd sinterizado (imán de tierras raras sinterizado, normalmente un sistema $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) que tenga un espesor suficiente en una dirección de magnetización, efectuando una reacción de difusión de Dy o Tb hacia dentro desde las superficies del bloque de imán excluyendo las superficies perpendiculares a la dirección de magnetización, produciendo de este modo el bloque de imán en el que la fuerza coercitiva cerca de las superficies es más alta que en el interior, y cortando el bloque de imán en una dirección perpendicular a la dirección de magnetización por medio de una cuchilla de corte, una sierra de alambre o similar, puede fabricarse una pluralidad de segmentos de imán de un tamaño predeterminado a partir de un bloque de imán; que cuando el bloque de imán sujeto al tratamiento de difusión está dimensionado preferentemente a una dimensión máxima en una dirección perpendicular a la dirección de magnetización (donde tiene lugar la reacción de difusión del Dy o del Tb) de hasta 100 mm, más preferentemente hasta 50 mm, incluso más preferentemente hasta 10 mm, y una longitud máxima en la dirección de magnetización (donde no tiene lugar la reacción de difusión) de al menos 30 mm, más preferentemente al menos 100 mm, el tratamiento de absorción con Dy o Tb puede efectuarse en el bloque de imán de tal gran tamaño, por lo que se mejora el rendimiento del proceso.

La invención proporciona un imán a base de Nd sinterizado y un método de preparación como se define en las reivindicaciones adjuntas.

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la invención, el imán a base de Nd sinterizado está libre de una disminución de la remanencia, tiene una alta fuerza coercitiva, especialmente en los bordes del mismo, y no es susceptible a la desmagnetización, incluso a alta temperatura. El imán es adecuado para su uso en máquinas rotatorias de imán permanente.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista en perspectiva de un bloque de imán en una realización de la invención, mostrando la figura 1A el bloque durante el tratamiento de difusión, y mostrando la figura 1B el corte del bloque.

La figura 2 ilustra la distribución de la fuerza coercitiva del segmento de imán en una realización de la invención, siendo la figura 2A una sección transversal tomada en perpendicular a la dirección de magnetización, y siendo la figura 2B una sección transversal tomada en el centro de la dirección de magnetización.

La figura 3 ilustra la forma del segmento de imán en diferentes realizaciones de la invención, mostrando la figura 3A una forma rectangular, mostrando la figura 3B una forma de D, y mostrando la figura 3C una forma de C.

La figura 4 es una vista en sección transversal de un motor de imán permanente montado en superficie a modo de ejemplo de 6 polos y 9 ranuras.

La figura 5 es una vista en sección transversal de un motor de imán permanente montado en superficie a modo de ejemplo de 4 polos y 6 ranuras.

La figura 6 es una vista en sección transversal de otro motor de imán permanente montado en superficie a modo de ejemplo de 6 polos y 9 ranuras.

Descripción de realizaciones

De acuerdo con la invención, se prepara un imán a base de Nd sinterizado proporcionando un bloque de imán a base de Nd sinterizado que tiene unas superficies y una dirección de magnetización, recubriendo las superficies del bloque de imán con exclusión de las superficies perpendiculares a la dirección de magnetización con un polvo de óxido de Dy o Tb, un polvo de fluoruro de Dy o Tb, o un polvo de aleación que contiene Dy o Tb, tratando el bloque recubierto a una alta temperatura para hacer que el Dy o el Tb se difundan en el bloque y cortando el bloque en un plano perpendicular a la dirección de magnetización en un segmento de imán que tiene una distribución de fuerza coercitiva en la sección de corte de tal manera que la fuerza coercitiva es alta en la periferia y más baja hacia el interior y una distribución de fuerza coercitiva constante en la dirección de magnetización. El segmento de imán a base de Nd sinterizado resultante está libre de una disminución de la remanencia, tiene una fuerza coercitiva alta, especialmente en los bordes del mismo, y no es susceptible a la desmagnetización incluso a alta temperatura. El segmento de imán es adecuado para su uso en máquinas rotatorias de imán permanente.

La composición de aleación de imán del bloque de imán a base de Nd sinterizado sujeto a un tratamiento de difusión con Dy o Tb puede ser cualquier composición de aleación de imán bien conocida, específicamente consistente esencialmente del 10 al 15 % en átomos de Nd, Pr o Dy, del 3 al 15 % en átomos de B, y del 0 al 11 % en átomos de al menos un elemento seleccionado de entre Al, Cu, Zn, In, Si, P, S, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Ga, Ge, Zr, Nb, Mo, Pd, Ag, Cd, Sn, Sb, Hf, Ta, y W, siendo el resto al menos un 50 % en átomos de Fe. Una fracción de Fe que va desde más del 0 % en átomos al 40 % en átomos puede reemplazarse por Co.

Un bloque de imán a base de Nd sinterizado de este tipo puede prepararse mediante cualquiera de los métodos bien conocidos.

Para el tratamiento de absorción con Dy o Tb, puede emplearse un método que usa una película obtenida por deposición electrolítica como se describe en el Documento no de patente 3, y un método para recubrir la superficie

de imán con un polvo de óxido de Dy o Tb, un polvo de fluoruro de Dy o Tb, o un polvo de aleación que contiene Dy o Tb y para calentar a alta temperatura para su difusión como se describe en el Documento de patente 3. Estos métodos son eficaces para aumentar la fuerza coercitiva del imán cerca de la superficie sin una pérdida de remanencia. Cuando el imán resultante se usa en una máquina rotatoria, se espera que la máquina rotatoria sea resistente al calor y produzca una gran energía.

El bloque de imán a base de Nd sinterizado usado en el presente documento es de forma de caja rectangular. En la figura 1, el bloque de imán a base de Nd sinterizado en general representado como 100 está conformado para tener una dimensión máxima L_1 entre las dimensiones L_1 y L_2 en una dirección perpendicular a la dirección de magnetización donde se difunde el Dy o el Tb que es de hasta 100 mm. Preferentemente hasta 50 mm, y más preferentemente hasta 20 mm, y una longitud máxima L_3 en la dirección de magnetización donde no tiene lugar la reacción de difusión que es al menos de 30 mm, preferentemente al menos de 100 mm. El Dy o el Tb se difunden hacia dentro del bloque de imán a base de Nd sinterizado desde las superficies S_2 , excluyendo las superficies S_1 , perpendiculares a la dirección de magnetización y principalmente a través de los límites de grano, mejorando de este modo la fuerza coercitiva del bloque de imán cerca de las superficies. En la figura 1, el Dy o el Tb se difunden en todas las superficies S_2 , excluyendo las superficies S_1 , perpendiculares a la dirección de magnetización. La dimensión en una dirección perpendicular a la dirección de magnetización es preferentemente de al menos 1 mm, y más preferentemente de al menos 3 mm. La longitud en la dirección de magnetización es preferentemente de hasta 200 mm, y más preferentemente de hasta 150 mm, aunque su límite superior no es crítico.

El bloque de imán se recubre dispersando un polvo de óxido o fluoruro de Dy o Tb o un polvo de aleación de Dy o Tb en agua o un disolvente orgánico tal como etanol. La dispersión se pulveriza o recubre al área seleccionada del bloque de imán para formar un recubrimiento parcial. Como alternativa, una cinta o película adhesiva se une a una parte innecesaria de recubrimiento (las superficies inferiores en la dirección de magnetización) del bloque de imán, después de lo cual el bloque de imán se sumerge en la dispersión por lo que se forma un recubrimiento de óxido, fluoruro o aleación en el área seleccionada del bloque de imán.

Después de que se forme el recubrimiento, el bloque de imán se calienta para el tratamiento de absorción a una temperatura de 350 °C a la temperatura de sinterización del imán durante un periodo de 30 segundos a 100 horas, preferentemente de 1 minuto a 8 horas. Esto se sigue preferentemente por un tratamiento de envejecimiento a una temperatura de 200 °C a la temperatura de sinterización durante un periodo de 1 minuto a 10 horas.

El bloque de imán 100 tratado de este modo se corta a máquina por medio de una cuchilla de corte, una sierra de alambre o similar en una dirección perpendicular a la dirección de magnetización, como se muestra en la figura 1B, en una pluralidad de segmentos de imán 100a que pueden apilarse uno encima del otro y que tienen una dimensión en la dirección de magnetización de 1 mm a 20 mm, que es adecuada cuando se usa el imán en motores y generadores de energía. Ya que el bloque de imán de gran tamaño se somete a un tratamiento de difusión/absorción con Dy o Tb, se mejora el rendimiento del proceso. El segmento de imán obtenido por el proceso tiene una distribución de fuerza coercitiva como se indica en la figura 2. La fuerza coercitiva aumenta cerca de las superficies del imán.

La figura 2A muestra una distribución de fuerza coercitiva en la superficie S_1 perpendicular a la dirección de magnetización. El tratamiento de difusión con Dy o Tb se ha realizado en todas las superficies S_2 , excluyendo las superficies S_1 . La superficie S_1 incluye una región periférica P que tiene una fuerza coercitiva mejorada y una región central C que tiene una fuerza coercitiva sin cambios. La figura 2B muestra una sección transversal tomada en el centro en la dirección de magnetización.

La figura 4 muestra una máquina rotatoria magnética montada en superficie, ilustrando que el imán usado en su interior incluye una región susceptible a la desmagnetización que está localizada y se localiza cerca de las superficies paralelas a la dirección de magnetización. Esto también es cierto en una máquina rotatoria de imán interior como se muestra en la figura 5. En la figura 5, el rotor tiene una estructura de cuatro polos que comprende una culata de rotor 10 de láminas de acero magnéticas laminadas y unos segmentos de imán permanente 2 incrustados en el mismo. El estator tiene una estructura de seis ranuras de láminas de acero magnéticas laminadas, con una bobina 12 enrollada de manera concentrada en cada diente. La bobina 12 es de una conexión en Y trifásica de fases U, V y W. En la figura 5, los símbolos "+" y "-" unidos a U, V y W indican las direcciones de enrollado de las bobinas, indicando un "+" una dirección que emerge del plano de la lámina y un "-" indicando una dirección de entrada. Mientras que el rotor y el estator están colocados como se muestra en la figura 5, una corriente alterna de onda de coseno fluye como la fase U, una corriente alterna que tiene una fase de avance de 120° con respecto a la fase U fluye como la fase V, y una corriente alterna que tiene una fase de avance de 240° con respecto a la fase U fluye como la fase W. A continuación, el rotor rota en el sentido contrario de las agujas del reloj por la interacción entre el flujo magnético de los imanes permanentes y el flujo magnético de las bobinas. En la figura 5, se representa una culata de estator 14.

El segmento de imán permanente para su uso en la máquina rotatoria de imán permanente tiene una forma de sección transversal que se selecciona a partir de una forma rectangular como se muestra en la figura 3A que es fácil de trabajar, una forma convexa o de D como se muestra en la figura 3B, y una forma de arco o de C como se

muestra en la figura 3C, que están adelgazadas en el borde con el fin de suavizar la forma de onda de tensión inducida o reducir el par de engrane para suprimir las ondulaciones de par motor en la máquina rotatoria. La forma rectangular puede cortarse u obtenerse afilando adicionalmente la sección de corte en cierta medida para suavizar. La forma de C o D puede obtenerse mecanizando la superficie(s) del segmento del imán perpendicularmente a la dirección de magnetización en la forma deseada. El segmento de imán mecanizado en la forma deseada tiene una distribución de fuerza coercitiva que se mantiene esencialmente sin cambios desde la distribución de la figura 2 debido a que las superficies donde se aumenta la fuerza coercitiva no se mecanizan. Es decir, el segmento de imán tiene una fuerza coercitiva aumentada cerca de las superficies que se extienden paralelas a la dirección de magnetización donde es probable que tenga lugar la desmagnetización en la máquina rotatoria de imán permanente. En particular, los segmentos de imán en forma de D o C se adelgazan en los bordes correspondientes cerca de las superficies que se extienden paralelas a la dirección de magnetización, y las partes de borde delgadas son susceptibles de desmagnetización debido al campo de desmagnetización intensificado. Si se aumenta la fuerza coercitiva de estas partes, entonces se mejora la resistencia a la desmagnetización. Por lo tanto, los segmentos de imán son eficaces específicamente cuando tienen forma de D o C.

EJEMPLO

A continuación, se proporcionan unos ejemplos para ilustrar algunas realizaciones de la invención, aunque el alcance de la invención no está limitado de este modo.

Ejemplos 1 y 2 y Ejemplo comparativo 1

Propiedades magnéticas de los ejemplos y del ejemplo comparativo

Una placa delgada de aleación se preparó mediante una técnica denominada de colada de banda, pesando específicamente cantidades predeterminadas de Nd, Co, Al y Fe metales que tienen una pureza de al menos un 99 % en peso y ferroboro, calentando a alta frecuencia en una atmósfera de argón para derretir y fundir la aleación fundida en un único rodillo de cobre en una atmósfera de argón. La aleación resultante estaba compuesta de un 13,5 % en átomos de Nd, un 1,0 % en átomos de Co, un 0,5 % en átomos de Al, un 5,8 % en átomos de B, y el resto de Fe y se designó como la aleación A. La aleación A fue hidrurada y a continuación calentada a 500 °C para una deshidruración parcial mientras que se evacuaba al vacío. Mediante esta denominada pulverización de hidruración, la aleación se pulverizó en un polvo grueso que tenía un tamaño de hasta 30 mesh. Se preparó otra aleación pesando cantidades predeterminadas de Nd, Tb, Fe, Co, Al y Cu metales que tienen una pureza de al menos un 99 % en peso y ferroboro, calentando a alta frecuencia en una atmósfera de argón para derretir y fundir. La aleación resultante estaba compuesta de un 20 % en átomos de Nd, un 10 % en átomos de Tb, un 24 % en átomos de Fe, un 6 % en átomos de B, un 1 % en átomos de Al, un 2 % en átomos de Cu, y el resto de Co y se designó como la aleación B. Usando un molino Brown en una atmósfera de nitrógeno. La aleación B se pulverizó de manera basta a un tamaño de hasta 30 mesh.

Posteriormente, la aleación A en polvo y la aleación B en polvo se pesaron en cantidades del 90 % y el 10 % en peso, respectivamente, y se mezclaron entre sí durante 30 minutos en un mezclador en V que se había purgado con nitrógeno. En un molino de chorro que usa gas nitrógeno a alta presión, se pulverizó el polvo mezclado finamente hasta un tamaño de partícula medio acumulativo en peso de 4 µm. El polvo fino resultante se compactó en una atmósfera de nitrógeno a una presión de aproximadamente 1000 kg/cm² (1 tonelada/cm²) mientras que se orientaba en un campo magnético de $11,9 \times 10^5$ A/m (15 kOe). El compacto verde se colocó a continuación en un horno de sinterización en una atmósfera de argón donde se sinterizó a 1060 °C durante 2 horas, obteniendo un bloque de imán permanente de 51 mm x 17 mm x 110 mm (espesor en la dirección de anisotropía magnética). Usando una muela abrasiva de diamante, el bloque de imán permanente se mecanizó en todas las superficies en un bloque de imán paralelepípedo como se muestra en la figura 3. El bloque de imán tenía unas dimensiones: L = 50 mm, W = 16 mm y T = 109 mm (T en la dirección de anisotropía magnética). El bloque de imán mecanizado se limpió con una solución alcalina, se decapó y se secó. Se incluyeron unas etapas de enjuague con agua desionizada antes y después de cada etapa de limpieza.

A continuación, el fluoruro de disprosio que tiene un tamaño medio de partícula de 5 micrómetros (medido por Microtrac) se mezcló con etanol a una fracción en peso del 50 %, en el que el bloque de imán que tiene dos superficies perpendiculares a la dirección de magnetización adheridas con cinta se sumergía durante un minuto aplicándose unas ondas ultrasónicas. El bloque del imán se levantó e inmediatamente se secó con aire caliente. Las tiras de cinta que adherían las dos superficies se eliminaron. En este punto, el factor de llenado de fluoruro de disprosio en el espacio que rodea la superficie del imán era del 45 %. El bloque de imán se sometió a un tratamiento de absorción en una atmósfera de argón a 900 °C durante una hora, a continuación, a un tratamiento de envejecimiento a 500 °C durante una hora, y se templó. Usando un cortador de diamante, se cortó el bloque de imán en un plano perpendicular a la dirección de magnetización en segmentos que tenían un grosor de 3,6 mm. Usando una muela abrasiva de diamante, el segmento de imán se trabajó en curvatura sobre su superficie perpendicular a la dirección de magnetización en forma de D. La forma final del segmento de imán como se muestra en la figura 3 tiene L = 50 mm, W = 16 mm, un arco que tiene un radio de curvatura de 12 mm, y un espesor T en la dirección de magnetización de 3,5 mm. Este segmento de imán en forma de D se designa M1. Con fines de comparación, se

preparó un segmento de imán P1 realizando un único tratamiento térmico y trabajando de manera similar en una forma de D.

Se proporcionó un bloque de imán de la misma forma que el M1 y el P1 antes del mecanizado. El fluoruro de terbio que tiene un tamaño de partícula promedio de 5 μm se mezcló con etanol a una fracción en peso del 50 %, en el que el bloque de imán que tenía dos superficies perpendiculares a la dirección de magnetización adheridas con cinta se sumergió durante un minuto aplicándose ondas ultrasónicas. El bloque del imán se levantó e inmediatamente se secó con aire caliente. Las tiras de cinta adheridas a las dos superficies se eliminaron. En este punto, el factor de llenado del fluoruro de terbio en el espacio que rodea la superficie del imán era del 45 %. El bloque de imán se sometió a un tratamiento de absorción en una atmósfera de argón a 900 °C durante una hora, a continuación a un tratamiento de envejecimiento a 500 °C durante una hora, y se templó. Esto fue seguido de un corte y un trabajo como en el caso del M1, obteniendo un segmento de imán en forma de D. Este segmento de imán se designó M2.

Las propiedades magnéticas de estos segmentos de imán (que se midieron por un magnetómetro de muestra vibrante) se muestran en la Tabla 1. Para medir una propiedad magnética, se cortaron unas muestras cúbicas de 1 mm de lado de tal manera que se evaluaron las propiedades magnéticas de diferentes regiones de un segmento de imán. El segmento de imán dentro del alcance de la invención mostró una fuerza coercitiva cerca de la superficie que se incrementó en 500 kAm^{-1} con respecto a la fuerza coercitiva del segmento de imán P1 no sometido a un tratamiento de absorción de disprosio. Ya que el interior del imán estaba a una distancia de 8 mm de la superficie, el interior no absorbió disprosio y mantuvo su fuerza coercitiva sin cambios. Se determinó una distribución de la fuerza coercitiva, descubriendo una fuerza coercitiva aumentada en una región que se extiende 6 mm desde la superficie. El segmento de imán M2 sometido a un tratamiento de absorción de terbio mostró una fuerza coercitiva que se aumentó 800 kAm^{-1} con respecto a la fuerza coercitiva del segmento de imán P1 no sometido a un tratamiento de absorción. Los segmentos de imán dentro del alcance de la invención mostraron una disminución de la remanencia que era tan pequeña como 5 mT. Con fines de comparación, se preparó un imán permanente usando una composición de aleación que tenía Dy sustituido por parte de Nd en la aleación A, con el fin de lograr un aumento de la fuerza coercitiva de 500 kAm^{-1} , pero se encontró una caída de la remanencia de 50 mT.

Mediante una imagen de electrones retrodispersados bajo SEM y microanálisis de sonda electrónica (EPMA) del segmento de imán M1, se observaron el Dy y el F en el imán. Ya que el imán antes del tratamiento no contenía Dy y F, la presencia de Dy y F en el segmento de imán M1 puede atribuirse al tratamiento de absorción de acuerdo con la invención. El disprosio absorbido solo se concentra cerca de los límites de grano. Por otro lado, el flúor (F) también está presente en la parte de límite de grano y se enlaza con óxidos (contenidos en el imán antes del tratamiento como impurezas incidentales) para formar oxifluoruros. La distribución del Dy permitió aumentar la fuerza coercitiva y minimizar la disminución de la remanencia.

Tabla 1

Propiedades magnéticas					
	Segmento de imán		Br, T	HcJ, kAm^{-1}	(BH)máx., kJm^{-3}
Ejemplo 1	M1	Cerca de superficie	1,415	1.500	390
		Centrado	1,420	1.000	395
Ejemplo 2	M2	Cerca de superficie	1,415	1.800	390
		Centrado	1,420	1.000	395
Ejemplo comparativo 1	P1	Cerca de superficie	1,420	1.000	395
		Centrado	1,420	1.000	395

La invención se caracteriza por que un bloque de imán de gran tamaño antes de su mecanizado en la forma final se somete a un tratamiento de absorción. El rendimiento del proceso se mejora. Más específicamente, en el ejemplo, un bloque de 109 mm de largo en la dirección de magnetización se corta en 25 segmentos de imán. El número de cuerpos de imán a recubrir se diferencia por un factor de 25, que se refleja en un ahorro de tiempo de recubrimiento.

Como un segmento de imán de una variante de la forma, se preparó un segmento de imán con forma de C mediante un procedimiento similar, teniendo $L = 50 \text{ mm}$, $W = 16 \text{ mm}$, un radio interior de 19 mm, un radio exterior de 12 mm (el centro del radio exterior se desplaza 10,5 mm desde el centro del radio interior), y un espesor T en la dirección de magnetización de 3,5 mm. La única diferencia fue la forma y sus propiedades magnéticas fueron las mismas que en la Tabla 1.

50 Rendimiento de los motores que usan segmentos de imán en forma de D de los Ejemplos y el Ejemplo comparativo

Los segmentos de imán M1, M2 de la invención y los segmentos de imán P1 del ejemplo comparativo se

incorporaron en unos motores de imán permanente, cuyo rendimiento se describe a continuación. El motor de imán permanente es un motor de imán montado en superficie como se muestra en la figura 4. El rotor tiene una estructura de seis polos que consiste en unas láminas de acero magnético de 0,5 mm laminadas que tienen unos segmentos de imán permanente unidos de manera adhesiva a la superficie de las mismas. El rotor tiene un diámetro exterior de 45 mm y una longitud de 50 mm. El estator tiene una estructura de nueve ranuras de unas láminas de acero magnético de 0,5 mm laminadas con una bobina de devanado concentrado de 15 vueltas en cada uno de los dientes. Las bobinas son de una conexión en Y trifásica de fases U, V y W. Un hueco de 1 mm está definido entre el rotor y el estator. En la figura 4, el círculo sólido de una bobina indica que la dirección del devanado de la bobina es hacia delante y la cruz (X) de una bobina indica que la dirección del devanado de la bobina es hacia atrás. Cuando la corriente eléctrica fluye a través de las bobinas, los campos magnéticos se desarrollan en las direcciones de las flechas anchas representadas en la región de núcleo del estator, de tal manera que el rotor se hace rotar en el sentido contrario de las agujas del reloj. En este punto, un área posterior de un segmento de imán permanente en la dirección de rotación (un área rodeada por un círculo en la figura 4) está en una situación susceptible a la desmagnetización debido a que el campo magnético está dirigido en oposición a la magnetización del segmento de imán permanente.

Para evaluar el grado de desmagnetización, se determinó una diferencia en el par motor de accionamiento del motor antes y después de la exposición a una temperatura de 120 °C durante 2 horas. En primer lugar el par de accionamiento se midió cuando el motor estaba funcionando en un modo de corriente trifásica con una corriente RMS de 50 A para cada bobina a temperatura ambiente (RT). A continuación, el motor se puso en un horno a 120 °C donde se hizo funcionar de manera similar con una corriente de 50 A. El motor se sacó del horno y se devolvió a la temperatura ambiente, después de lo cual se midió el par motor de accionamiento durante un funcionamiento similar a 50 A. La expresión “% de desmagnetización” representa un porcentaje de reducción del par motor por desmagnetización = [(par motor de accionamiento a RT después de la colocación en el horno) - (par motor de accionamiento a RT antes de la colocación en el horno)] / (par motor de accionamiento a RT antes de la colocación en el horno).

La Tabla 2 informa de unos valores de reducción del par motor en porcentaje por desmagnetización. El motor que usa unos segmentos de imán que tienen una baja fuerza coercitiva en el Ejemplo comparativo 1 evidencia una desmagnetización, que indica que no se podría usar en un entorno de 120 °C. En contraste, los motores que usan los segmentos de imán que tienen una fuerza coercitiva aumentada por el tratamiento de la invención en los Ejemplos 1 y 2 no evidencian una desmagnetización a 120 °C. Aunque la fuerza coercitiva en el centro del segmento de imán era igual entre los Ejemplos y el Ejemplo Comparativo, la fuerza coercitiva de un segmento de imán en el borde (correspondiente a una parte del segmento de imán que es susceptible a la desmagnetización en el motor de imán permanente) podría aumentarse por el tratamiento de la invención, lo que garantiza que el motor fue resistente a la desmagnetización.

Tabla 2

Reducción de par motor por desmagnetización del motor usando segmentos magnéticos en forma de D		
	Segmento de imán	Desmagnetización a 120 °C, %
Ejemplo 1	M1	0
Ejemplo 2	M2	0
Ejemplo comparativo 1	P1	12

40 Rendimiento de los motores con segmentos de imán en forma de C de los Ejemplos y el Ejemplo comparativo

Los segmentos de imán M1, M2 de la invención y los segmentos de imán P1 del ejemplo comparativo se incorporaron en unos motores de imán permanente, cuyo rendimiento se describe a continuación. El motor de imán permanente es como se muestra en la figura. 6. El estator es el mismo que en el motor de la figura 4 usando unos segmentos de imán en forma de D. El rotor tiene una estructura de seis polos que consiste en unas láminas de acero magnéticas de 0,5 mm laminadas que tienen unos segmentos de imán permanente en forma de C unidos de manera adhesiva a la superficie de las mismas. El rotor tiene un diámetro exterior de 45 mm y una longitud de 50 mm.

50 Como en el motor que usa los segmentos de imán en forma de D, se evaluó el efecto de la desmagnetización a 120 °C. Los resultados se muestran en la Tabla 3. El motor que usa los segmentos de imán que tienen una baja fuerza coercitiva en el Ejemplo comparativo 1 evidenció una desmagnetización, indicando que no se podría usar en un entorno de 120 °C. Se observa que la desmagnetización en el motor que usa los segmentos de imán en forma de C es menor que en el motor que usa los segmentos de imán en forma de D, debido a que los segmentos de imán en forma de C tienen un espesor mayor en el borde. En contraste, los motores que usan los segmentos de imán que tienen una fuerza coercitiva aumentada por el tratamiento de la invención en los Ejemplos 1 y 2 no evidencian una desmagnetización a 120 °C. Aunque la fuerza coercitiva en el centro del segmento de imán era igual entre los

Ejemplos y el Ejemplo comparativo, la fuerza coercitiva de un segmento de imán en el borde (correspondiente a una parte del segmento de imán que es susceptible a la desmagnetización en el motor de imán permanente) podría aumentarse por el tratamiento de la invención, lo que garantiza que el motor era resistente a la desmagnetización.

5

Tabla 3

Reducción de par motor por desmagnetización del motor usando segmentos magnéticos en forma de C		
	Segmento de imán	Desmagnetización a 120 °C, %
Ejemplo 1	M1	0
Ejemplo 2	M2	0
Ejemplo comparativo 1	P1	6

Aunque los ejemplos se refieren a los motores de imán permanente, los generadores de energía de imán permanente tienen las mismas ventajas debido a que son de la misma estructura a la que pueden aplicarse los segmentos de imán de la invención.

10

LEYENDAS

- 1: núcleo del rotor
- 2: segmento de imán
- 15 3: rotor
- 10: culata de rotor
- 11: núcleo de estator
- 12: bobina
- 13: estator
- 20 14: culata de estator
- 100: bloque de imán a base de Nd sinterizado
- 100a: segmento de imán.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un imán a base de Nd sinterizado, que comprende las etapas de:
- 5 proporcionar un bloque de imán a base de Nd sinterizado en forma de caja rectangular que tiene seis superficies y una dirección de magnetización,
recubrir las cuatro superficies del bloque de imán excluyendo las dos superficies perpendiculares a la dirección de magnetización con un polvo de óxido de Dy o Tb, un polvo de fluoruro de Dy o Tb o un polvo de aleación que contiene Dy o Tb,
- 10 tratar el bloque recubierto a una temperatura en el intervalo de 350 °C a la temperatura de sinterización para hacer que el Dy o el Tb se difunda en el bloque, y
cortar el bloque en un plano perpendicular a la dirección de magnetización en un segmento de imán que tiene una distribución de fuerza coercitiva en la sección de corte, siendo la fuerza coercitiva más alta en la superficie que en el centro, y una distribución de fuerza coercitiva constante en la dirección de magnetización.
- 15 2. Un método para preparar un imán a base de Nd sinterizado de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además la etapa de mecanizar el segmento de imán en su superficie perpendicular a la dirección de magnetización en una forma de C o D.
- 20 3. Un método para preparar un imán a base de Nd sinterizado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el bloque de imán tiene una dimensión máxima de hasta 100 mm en una dirección de difusión del Dy o del Tb perpendicular a la dirección de magnetización y una longitud máxima de al menos 30 mm en la dirección de magnetización.
- 25 4. Un método para preparar un imán a base de Nd sinterizado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se conforma el bloque de imán a base de Nd sinterizado para tener una dimensión máxima L_1 entre las dimensiones L_1 y L_2 en una dirección perpendicular a la dirección de magnetización donde Dy o Tb se difunde, que es de hasta 100 mm, y una longitud máxima L_3 en la dirección de magnetización donde la reacción de difusión no tiene lugar, que es al menos de 30 mm.
- 30 5. Un método para preparar un imán a base de Nd sinterizado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el bloque de imán se calienta para un tratamiento de absorción a una temperatura de 350 °C a la temperatura de sinterización del imán durante un periodo de 30 segundos a 100 horas.
- 35 6. Un método para preparar un imán a base de Nd sinterizado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición de la aleación de imán del bloque de imán a base de Nd sinterizado sujeto a un tratamiento de difusión con Dy o Tb se compone del 10 al 15 % de átomos de Nd, Pr o Dy, del 3 al 15 % de átomos de B y del 0 al 11 % en átomos de al menos un elemento seleccionado de entre Al, Cu, Zn, In, Si, P, S, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Ga, Ge, Zr, Nb, Mo, Pd, Ag, Cd, Sn, Sb, Hf, Ta, y W, siendo el resto al menos un 50 % de átomos de Fe en el cual una fracción de Fe que va desde más del 0 % de átomos al 40 % de átomos puede reemplazarse con Co.
- 40

FIG.1A

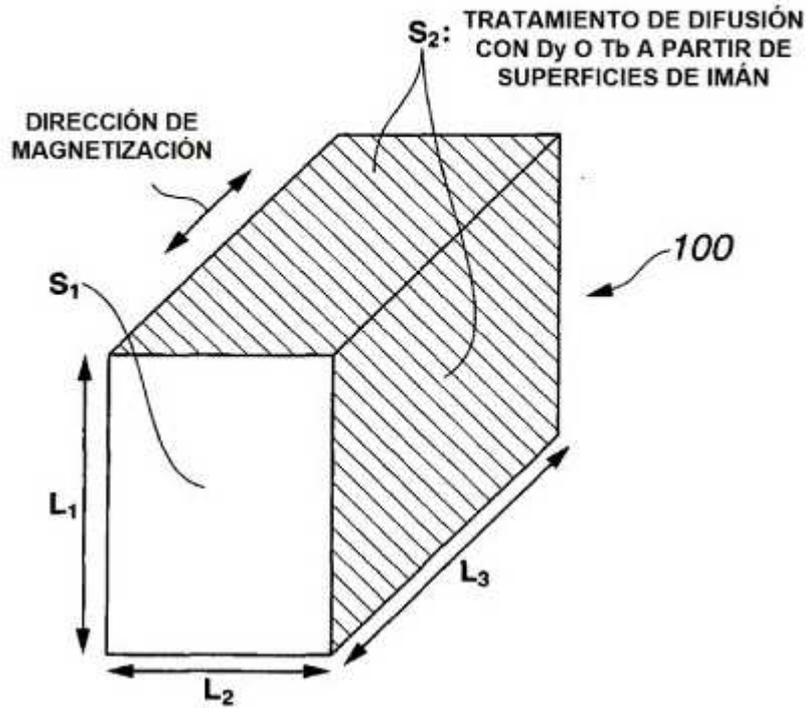


FIG.1B

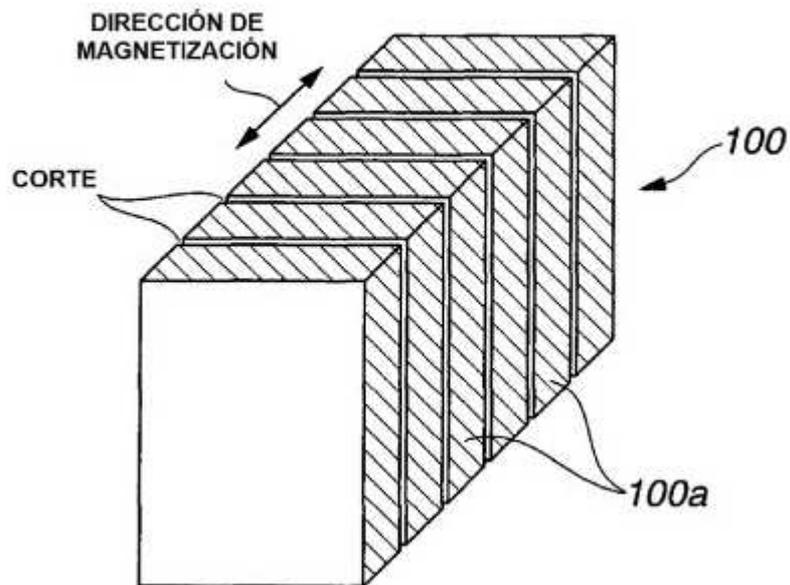


FIG.2A

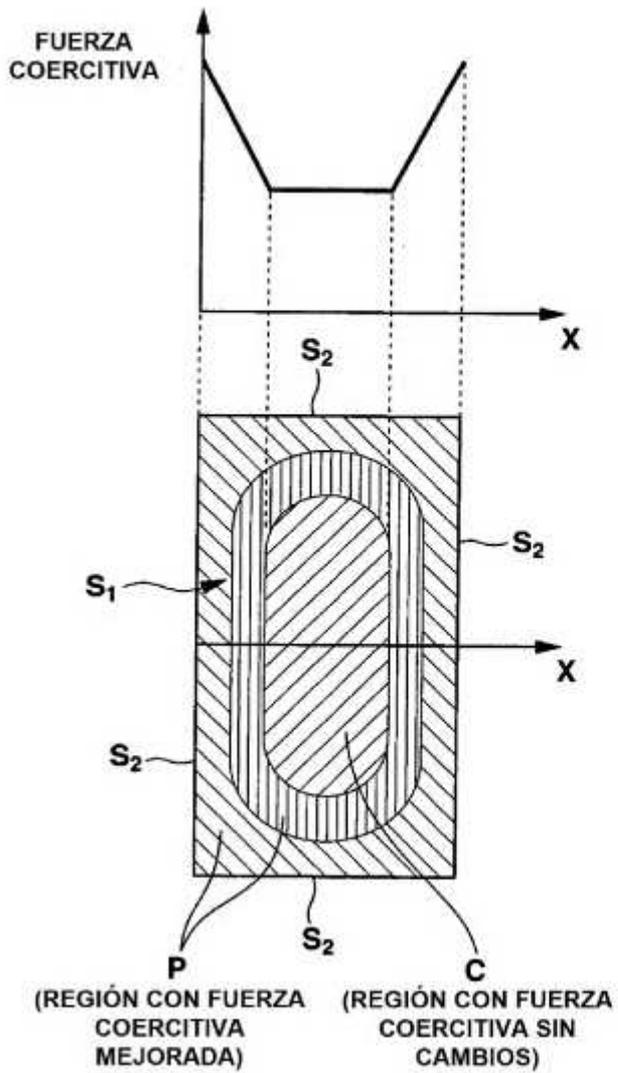
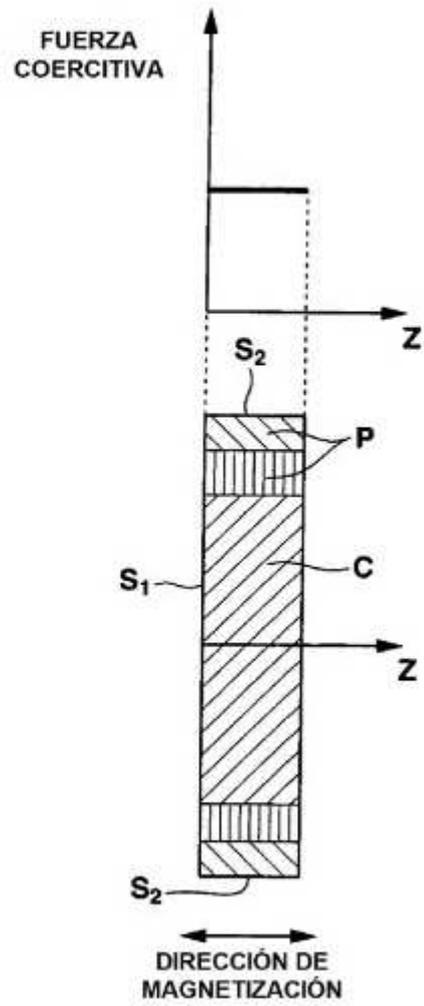


FIG.2B



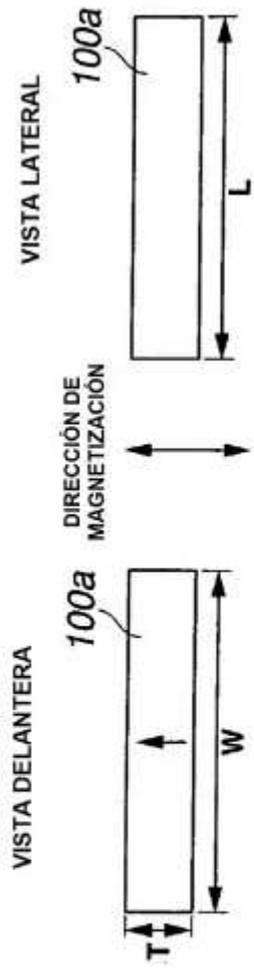


FIG.3A

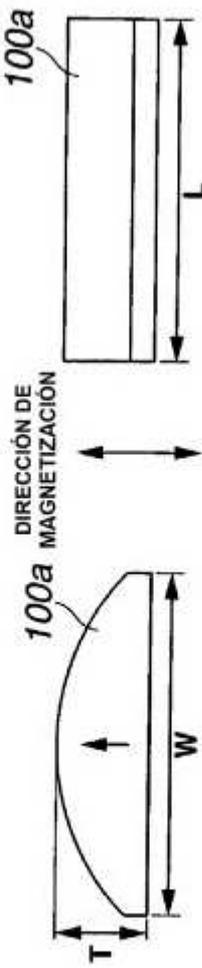


FIG.3B

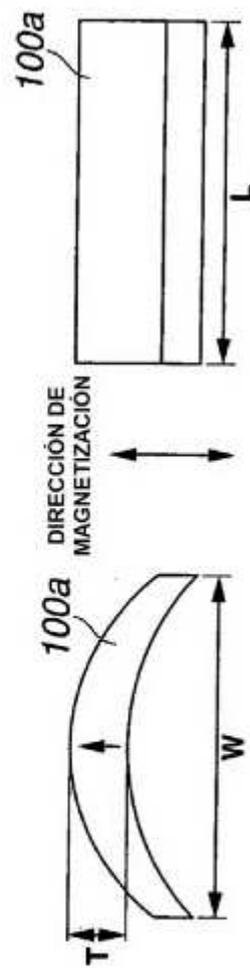


FIG.3C

FIG.4

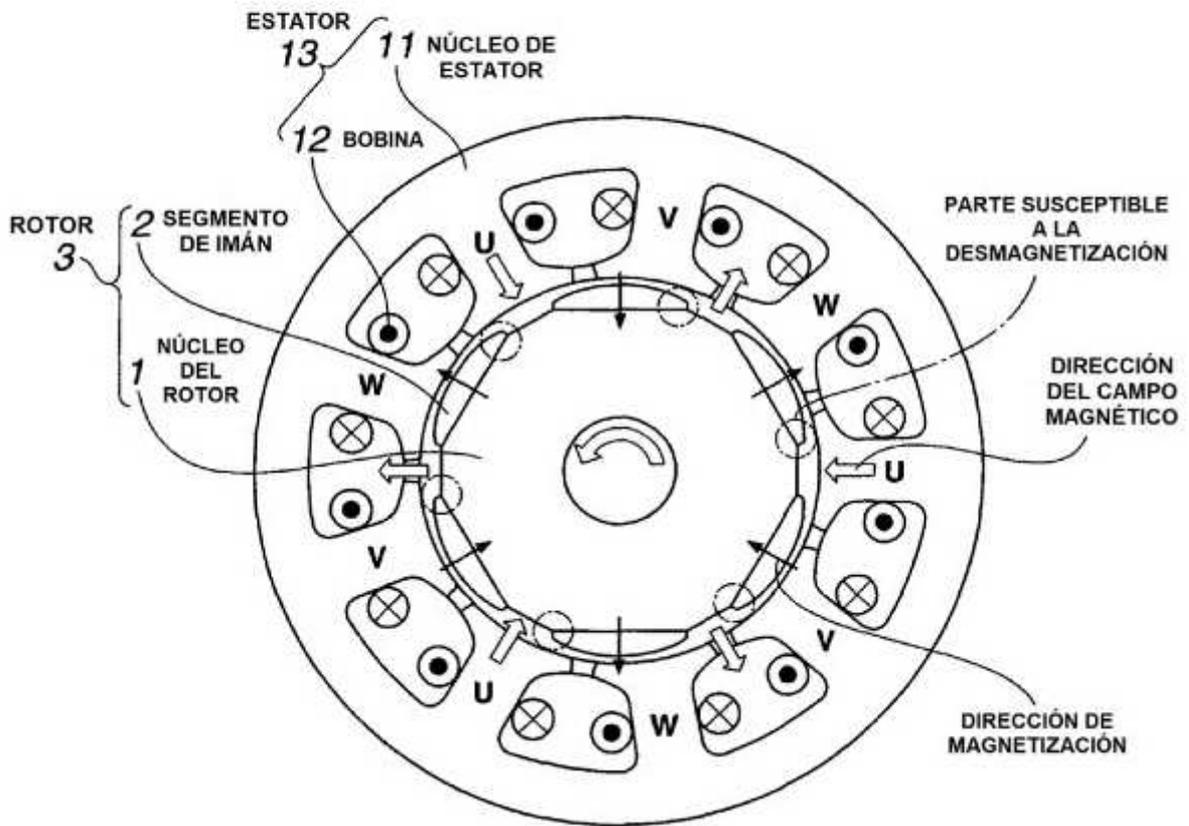


FIG.5

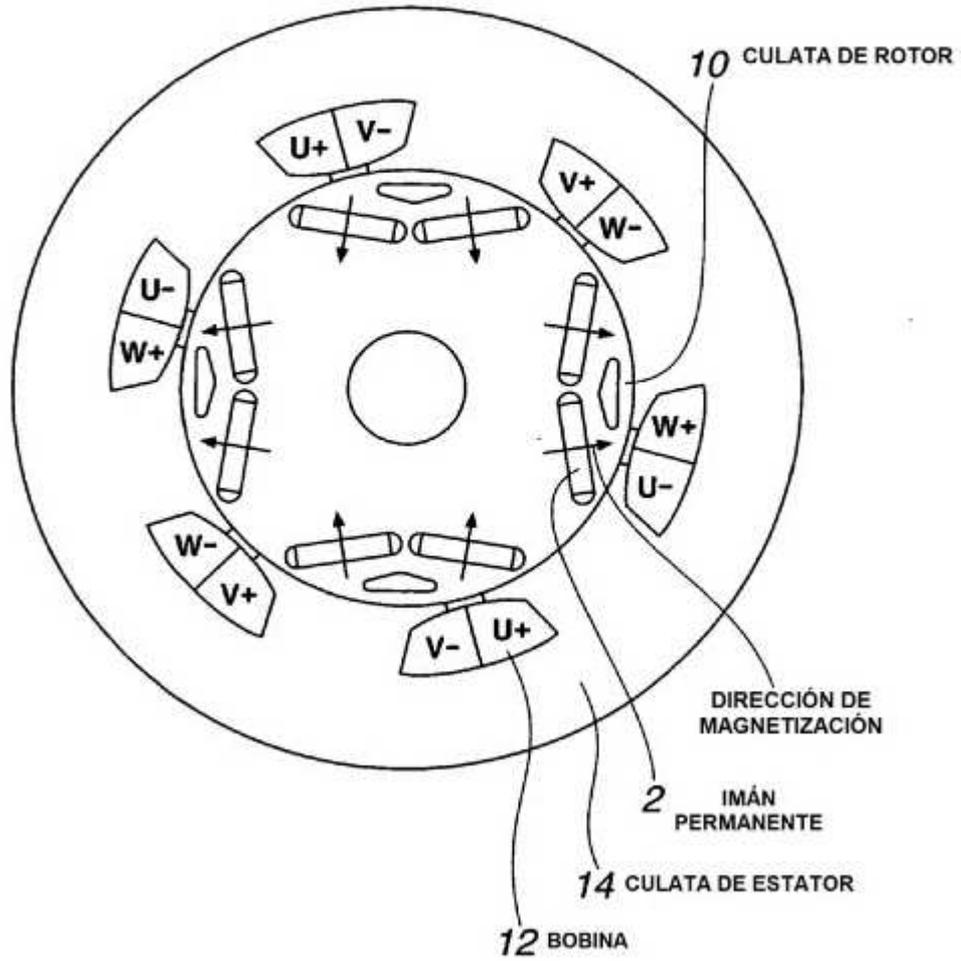


FIG.6

