

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 674 370**

51 Int. Cl.:

H01F 1/08 (2006.01)

C22C 38/00 (2006.01)

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 41/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.03.2014 PCT/JP2014/058737**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.10.2014 WO14157448**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.03.2014 E 14776462 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.06.2018 EP 2980808**

54 Título: **Imán sinterizado a base de R-T-B**

30 Prioridad:

29.03.2013 JP 2013071833

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

29.06.2018

73 Titular/es:

**HITACHI METALS, LTD. (100.0%)
2-70, Konan 1-chome, Minato-ku
Tokyo 108-8224 , JP**

72 Inventor/es:

**NISHIUCHI, TAKESHI;
KUNIYOSHI, FUTOSHI;
ISHII, RINTARO y
KAWATA, TSUNEHIRO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 674 370 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 a base de R-T-B

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un imán sinterizado a base de R-T-B.

10 **Antecedentes de la técnica**

10 Un imán sinterizado a base de R-T-B que incluye un compuesto de tipo $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ como una fase principal (R es al menos uno de los elementos de tierras raras e incluye inevitablemente Nd, y T es un elemento de metal de transición e incluye inevitablemente Fe) se conoce como un imán permanente con el rendimiento más alto de entre los imanes permanentes, y se ha usado en diversos motores para vehículos híbridos, vehículos eléctricos y electrodomésticos.

15 No obstante, en el imán sinterizado a base de R-T-B, la coercividad H_{cJ} (a la que a veces se hace referencia, en lo sucesivo en el presente documento, simplemente como " H_{cJ} ") disminuye a una temperatura elevada para dar lugar a una desmagnetización térmica irreversible. Por lo tanto, cuando se usa particularmente en motores para vehículos híbridos y vehículos eléctricos, existe la necesidad de mantener una H_{cJ} alta incluso a una temperatura elevada.

20 Para aumentar la H_{cJ} , hasta la fecha se han añadido numerosos elementos de tierras raras pesadas (principalmente, Dy) al imán sinterizado a base de R-T-B. No obstante, surgió un problema de que disminuye la densidad de flujo magnético residual B_r (a la que a veces se hace referencia, en lo sucesivo en el presente documento, simplemente como " B_r "). Por lo tanto, se ha empleado recientemente un método en el que los elementos de tierras raras pesadas se difunden desde la superficie al interior del imán sinterizado a base de R-T-B para aumentar de ese modo la concentración de los elementos de tierras raras pesadas en la parte de la cubierta exterior de los granos de cristal de la fase principal, obteniendo por lo tanto una H_{cJ} alta al tiempo que se inhibe una disminución en la B_r .

25 El Dy presenta problemas tales como un suministro inestable y fluctuaciones en el precio debido a la restricción del lugar de producción. Por lo tanto, existe una necesidad de desarrollar una tecnología para aumentar la H_{cJ} del imán sinterizado a base de R-T-B sin usar elementos de tierras raras pesadas tales como Dy tanto como sea posible.

30 El documento de patente 1 divulga que una concentración de B se disminuye en comparación con una aleación a base de R-T-B convencional, y se incluyen uno o más elementos metálicos M que se seleccionan de entre Al, Ga y Cu para formar una fase de R_2T_{17} , y una fracción en volumen de una fase rica en metal de transición ($\text{R}_6\text{T}_{13}\text{M}$) que se forma a partir de la fase de R_2T_{17} como una materia prima se asegura suficientemente para obtener un imán sinterizado de tierra rara a base de R-T-B que tiene una coercividad alta al tiempo que se inhibe el contenido de Dy.

35 El documento JP2009/231391A divulga un imán sinterizado de $\text{Nd}_{28,2}\text{Fe}_{\text{resto}}\text{Cu}_{0,08}\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,1}\text{B}_{0,92}$ (% en peso) con una estructura cristalina de tipo a base de $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$.

40 **Documento de la técnica anterior**45 **Documento de patente**

Documento de patente 1: WO 2013 / 008756 A

50 **Sumario de la invención**55 **Problemas que van a ser solucionados por la invención**

No obstante, el documento de patente 1 presentaba un problema de que, debido a que la concentración de B se disminuye significativamente más de lo habitual, disminuye una relación de existencia de una fase principal, conduciendo a una reducción significativa en la B_r . A pesar de que aumenta la H_{cJ} , la H_{cJ} es insuficiente para satisfacer requisitos recientes.

60 La presente invención se ha realizado con el fin de resolver los problemas anteriores y un objeto de la misma es proporcionar un imán sinterizado a base de R-T-B que tiene una B_r alta y una H_{cJ} alta sin usar Dy.

65 **Medios para solucionar los problemas**

La presente invención se refiere a los siguientes aspectos:

1. Un imán sinterizado a base de R-T-B que incluye un compuesto de tipo $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ como una fase principal que comprende:

la fase principal;

una primera fase de frontera de grano que está ubicada entre dos fases principales; y
una segunda fase de frontera de grano que está ubicada entre tres o más fases principales,

5 en donde se encuentra presente la primera fase de frontera de grano que tiene un espesor de 5 nm o más y 30 nm o menos, y la composición del imán sinterizado a base de R-T-B comprende:

10 R: un 13,0 % atómico o más y un 15 % atómico o menos (con R siendo Nd y / o Pr),
B: un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos,
Ga: un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos,
Al: 0,69 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico), y
con el resto siendo T (T es un elemento de metal de transición e incluye inevitablemente Fe) e impurezas inevitables.

15 2. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con el aspecto 1, que comprende adicionalmente:
Cu: un 0,01 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos.

20 3. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con el aspecto 1 o 2, en donde el contenido de Al es un 0,3 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico).

4. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 1 a 3, en donde el contenido de B es un 5,2 % atómico o más y un 5,43 % atómico o menos.

25 5. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 1 a 4, en donde el contenido de Ga es un 0,4 % atómico o más y un 0,6 % atómico o menos.

6. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 1 a 5, que satisface la siguiente expresión de desigualdad (1):

$$30 \quad 0,8 \leq \langle \text{Ga} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle) \leq 3,0 \quad (1)$$

en donde $\langle \text{Ga} \rangle$ es la cantidad de Ga en términos de % atómico y $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

35 7. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con el aspecto 6, que satisface la siguiente expresión de desigualdad (2):

$$40 \quad 1,03 \leq \langle \text{Ga} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle) \leq 1,24 \quad (2)$$

en donde $\langle \text{Ga} \rangle$ es la cantidad de Ga en términos de % atómico y $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

45 8. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con el aspecto 2 o uno cualquiera de los aspectos 3 a 7 citando el aspecto 2, que satisface la siguiente expresión de desigualdad (3):

$$50 \quad 1,0 \leq \langle \text{Ga} + \text{Cu} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle) \leq 3,0 \quad (3)$$

en donde $\langle \text{Ga} + \text{Cu} \rangle$ es la cantidad total de Ga y Cu en términos de % atómico y $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

9. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 1 a 8, en donde la primera fase de frontera de grano tiene un espesor de 10 nm o más y 30 nm o menos.

55 10. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 1 a 9, en donde una relación en número atómico de la cantidad de B con respecto a la cantidad de R satisface la siguiente expresión de desigualdad (4):

$$60 \quad 0,37 \leq \langle \text{B} \rangle / \langle \text{R} \rangle \leq 0,42 \quad (4)$$

en donde $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico y $\langle \text{R} \rangle$ es la cantidad de R en términos de % atómico.

65 11. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 1 a 10, en donde el contenido de Fe o (Fe + Co) de la primera fase de frontera de grano es un 20 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico).

Efectos de la invención

De acuerdo con la presente invención, es posible proporcionar un imán sinterizado a base de R-T-B que tiene una B_r alta y una H_{cJ} alta sin usar Dy.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una gráfica que muestra los resultados de la B_r y la H_{cJ} en la Tabla 2.

Las figuras 2(a) y 2(b) son unas vistas esquemáticas para explicar un método para medir un espesor de una primera fase de frontera de grano.

Modo para llevar a cabo la invención

Los inventores de la presente invención han realizado un estudio intensivo con el fin de resolver los problemas anteriores y han hallado que, tal como se muestra en el aspecto 1 de la presente invención, se obtiene un imán sinterizado a base de R-T-B que tiene una B_r alta y una H_{cJ} alta sin usar Dy a través de la existencia de una primera fase de frontera de grano que tiene un espesor de 5 nm o más y 30 nm o menos (a la que a veces se hace referencia, en lo sucesivo en el presente documento, como "fase de frontera de dos granos") en un imán sinterizado a base de R-T-B.

Aún quedan puntos por aclarar en lo que respecta al mecanismo en el que se obtiene un imán sinterizado a base de R-T-B que tiene una B_r alta y una H_{cJ} alta sin usar Dy por la existencia de una primera fase de frontera de grano que tiene un espesor de 5 nm o más y 30 nm o menos. Se realizará una descripción acerca del mecanismo propuesto por los inventores de la presente invención basándose en las conclusiones que los mismos han obtenido hasta la fecha. Se ha de hacer notar que la descripción en lo que respecta al siguiente mecanismo no tiene por objeto limitar el alcance técnico de la presente invención.

Se considera que la composición y el espesor de la primera fase de frontera de grano (la fase de frontera de dos granos) en el imán sinterizado a base de R-T-B ejercen una influencia significativa sobre el comportamiento de inversión de magnetización del imán sinterizado a base de R-T-B. Por ejemplo, si la fase de frontera de dos granos tiene un espesor pequeño, es imposible desacoplar suficientemente la interacción magnética entre los granos de cristal. Por lo tanto, se espera que la inversión de magnetización se propague fácilmente sobre los granos de cristal, haciendo por lo tanto difícil obtener una H_{cJ} alta. Se considera asegurar una cantidad suficiente de una fase de líquido (una fase de frontera de grano) durante la sinterización o el tratamiento térmico con el fin de aumentar el espesor de la fase de frontera de dos granos. No obstante, incluso si la cantidad de R meramente se aumenta para aumentar la cantidad de una fase de líquido en una aleación de $Nd_{14}Fe_{80}B_6$ que se emplea, en general, como el imán sinterizado a base de R-T-B, el espesor de la fase de frontera de dos granos que se va a medir por medio de una técnica tal como TEM (microscopio electrónico de transmisión) es, como máximo, 5 nm, haciendo difícil, por lo tanto, aumentar adicionalmente el espesor.

Al percatarse del hecho de que se encuentra presente una cantidad numerosa de Fe en la fase de frontera de dos granos, lo que ha quedado claro recientemente, (divulgado, por ejemplo, en el documento con nombre: H. Sepehri-Amin. y col., *Acta Materialia* 60, P819 (2012)), los inventores de la presente invención han considerado que las propiedades físicas de la fase de frontera de dos granos, sobre la que se encuentra presente una cantidad numerosa de Fe, podrían haber contribuido a inhibir que el espesor de la fase de frontera de dos granos aumente suficientemente. Como resultado de un estudio intensivo, los inventores de la presente invención han hallado que la cantidad de B en el imán sinterizado a base de R-T-B es más baja que una relación estequiométrica y se incluye Ga para formar de ese modo una fase de R-T-Ga en la fase de frontera de grano en lugar de una fase de R_2T_{17} , conduciendo a una disminución en el contenido de Fe en la fase de frontera de dos granos, y que el espesor de la fase de frontera de dos granos se puede aumentar mediante la formación de una fase de R y una fase de R-Ga en la fase de frontera de dos granos cuando no se incluye Cu alguno, o mediante la formación de una fase de R, una fase de R-Ga y una fase de R-Ga-Cu en la fase de frontera de dos granos cuando se incluye Cu.

No obstante, la fase de R-T-Ga presenta a veces una ligera magnetización y, si la fase de R-T-Ga existe de forma excesiva en la fase de frontera de dos granos particularmente por cuenta de la H_{cJ} , la magnetización de la fase de R-T-Ga puede evitar que aumente el espesor de la fase de frontera de dos granos. Si la cantidad de B se disminuye de forma excesiva con el fin de formar la fase de R-T-Ga, disminuye una relación de existencia de una fase principal, teniendo por lo tanto una posibilidad de no obtener una B_r alta. Por lo tanto, si la fase de R y la fase de R-Ga, o la fase de R, la fase de R-Ga y la fase de R-Ga-Cu se pueden formar al tiempo que se inhibe que la fase de R-T-Ga se forme tan pequeña como sea posible en la fase de frontera de dos granos, el espesor de la fase de frontera de dos granos se puede aumentar adicionalmente, posibilitando por lo tanto un aumento en la H_{cJ} . No obstante, si se inhibe de forma excesiva la formación de la fase de R-T-Ga, es imposible formar suficientemente la fase de R y la fase de R-Ga, o la fase de R, la fase de R-Ga y la fase de R-Ga-Cu.

En una forma de realización, la cantidad de precipitación de una fase de R_2T_{17} se ajusta mediante el control de la cantidad de R y la cantidad de B dentro de un intervalo apropiado, y también la fase de R y la fase de R-Ga, o la

fase de R, la fase de R-Ga y la fase de R-Ga-Cu se pueden formar al tiempo que se inhibe que la fase de R-T-Ga se forme tan pequeña como sea posible mediante el ajuste de la cantidad de Ga dentro de un intervalo óptimo que se corresponde con la cantidad de precipitación de la fase de R_2T_{17} , con lo que se vuelve imposible inhibir el aumento en el espesor de la fase de frontera de dos granos y también se inhibe una disminución en la relación de existencia de una fase principal, haciendo por lo tanto posible obtener con mayor certeza un imán sinterizado a base de R-T-B que tiene una B_r alta y una H_{cJ} alta.

El "espesor de una primera fase de frontera de grano (la fase de frontera de dos granos)" en la presente invención quiere decir un espesor de una primera fase de frontera de grano que está ubicada entre dos fases principales, y quiere decir, más en concreto, un valor máximo del espesor cuando se mide una región que tiene el espesor más grande de la fase de frontera de grano. El "espesor de una primera fase de frontera de grano (la fase de frontera de dos granos)" se evalúa por medio de los siguientes procedimientos.

1) Se seleccionan de forma aleatoria cinco o más campos visuales, incluyendo cada uno una fase de frontera de dos granos, la longitud de la cual en una sección transversal de observación es $3\ \mu\text{m}$ o más en una observación con un microscopio electrónico de barrido (SEM, *scanning electron microscope*).

2) Para cada campo visual, se procesa una muestra con el fin de incluir la fase de frontera de dos granos por medio de un método de micromuestreo usando un haz de iones focalizados (FIB, *focused ion beam*). Además, la muestra se sometió a un procesamiento de corte hasta que el espesor se volvió $80\ \text{nm}$ o menos.

3) La muestra de fragmento delgado obtenida de este modo se observa por medio de un microscopio electrónico de transmisión (TEM, *transmission electron microscope*) para determinar un valor máximo en las fronteras de grano de dos granos individuales. Por norma, después de determinar la región en la que el espesor de la fase de frontera de dos granos es el más grande, el aumento de TEM se puede aumentar con el fin de medir con precisión el espesor cuando se mide el valor máximo del espesor de la región.

4) Se determina un promedio de todas las fronteras de grano de dos granos que se observan por medio de los procedimientos 1) a 3).

La figura 2(a) es una vista que muestra de forma esquemática un ejemplo de una primera fase de frontera de grano, y la figura 2(b) es una vista ampliada de una parte que está rodeada por una línea de puntos en la figura 2(a).

Tal como se muestra en la figura 2(b), una región que tiene un espesor grande 24 y una región que tiene un espesor pequeño 26 coexisten a veces en una primera fase de frontera de grano 22. En tal caso, un valor máximo del espesor de la región que tiene un espesor grande 24 se considera como el espesor de la primera fase de frontera de grano 22. Tal como se muestra en la figura 2(b), la primera fase de frontera de grano 22 se conecta a veces con una segunda fase de frontera de grano 32 que está ubicada entre tres o más fases principales 42. En este caso, en lo que respecta al "espesor de una primera fase de frontera de grano", no se medirá el espesor cerca del borde, en el que la frontera cambia de la primera fase de frontera de grano 22 a la segunda fase de frontera de grano 32 en una sección transversal de un imán cuyo espesor se va a medir (la región dentro de aproximadamente $0,5\ \mu\text{m}$ con respecto al borde 35A, 35B entre la primera fase de frontera de grano 22 y la segunda fase de frontera de grano 32). Esto es debido a que existe una posibilidad de que el borde se vea influenciado por el espesor de la segunda fase de frontera de grano 32. En la figura 2(b), el intervalo que se indica por medio de un signo de apertura de llave designado por el número de referencia 22 indica el intervalo en el que se extiende la primera fase de frontera de grano 22, y se ha de hacer notar que dicho intervalo no indica necesariamente el intervalo en el que se va a medir el espesor de la primera fase de frontera de grano 22 (es decir, el intervalo que excluye la región dentro de aproximadamente $0,5\ \mu\text{m}$ con respecto al borde 35A, 35B).

En la presente invención, se pueden obtener una B_r y una H_{cJ} altas permitiendo que se encuentre presente una primera fase de frontera de grano que tiene un espesor de $5\ \text{nm}$ o más y $30\ \text{nm}$ o menos. Si el espesor de la primera fase de frontera de grano es menos de $5\ \text{nm}$, es imposible desacoplar suficientemente la interacción magnética entre los granos de cristal, no obteniendo por lo tanto una H_{cJ} alta. Mientras tanto, si el espesor de la primera fase de frontera de grano es más de $30\ \text{nm}$, se puede obtener una H_{cJ} alta. No obstante, disminuye la relación de existencia de la fase principal, teniendo por lo tanto una posibilidad de no obtener una B_r alta. El espesor de la primera fase de frontera de grano se encuentra preferiblemente dentro de un intervalo de $10\ \text{nm}$ o más y $30\ \text{nm}$ o menos.

[Composición de un imán sinterizado a base de R-T-B]

Una composición preferida de un imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una forma de realización de la presente invención es tal como sigue:

R: un 13,0 % atómico o más y un 15 % atómico o menos (con R siendo Nd y / o Pr),

B: un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos,

Ga: un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos,

Al: un 0,3 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico), y

con el resto siendo T (T es Fe, y un 10 % o menos de Fe se puede sustituir con Co) e impurezas inevitables.

Como alternativa, una composición preferida de un imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una forma de

realización de la presente invención es tal como sigue:

R: un 13,0 % atómico o más y un 15 % atómico o menos (con R siendo Nd y / o Pr),

B: un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos,

5 Ga: un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos,

Cu: un 0,01 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos,

Al: un 0,3 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico), y

con el resto siendo T (T es Fe, y un 10 % o menos de Fe se puede sustituir con Co) e impurezas inevitables.

10 Se pueden obtener una B_r alta y una H_{cJ} alta mediante la combinación de la cantidad de R, la cantidad de B y la cantidad de Ga dentro del intervalo anterior. Si una cualquiera de la cantidad de R, la cantidad de B y la cantidad de Ga se desvía con respecto al intervalo anterior, la formación de la fase de R-T-Ga disminuye de forma excesiva, y en la totalidad del imán sinterizado a base de R-T-B, aumenta la fase de frontera de dos granos, sobre la que no se forma(n) la fase de R y la fase de R-Ga, o la fase de R, la fase de R-Ga y la fase de R-Ga-Cu, no aumentando por lo tanto el espesor de la fase de frontera de dos granos. Mientras tanto, si la fase de R-T-Ga se forma de forma excesiva en la fase de frontera de grano, la magnetización de la fase de R-T-Ga inhibe la separación magnética entre los granos de cristal, y también inhibe que aumente el espesor de la fase de frontera de dos granos en la totalidad del imán sinterizado a base de R-T-B.

20 R es Nd y / o Pr. El contenido de R se ajusta dentro de un intervalo de un 13 % atómico o más y un 15 % atómico o menos. El contenido de B se ajusta dentro de un intervalo de un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos. El contenido de Ga es un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos y, preferiblemente, un 0,4 % atómico o más y un 0,6 % atómico o menos. El resto T es Fe, y un 10 % o menos de Fe se puede sustituir con Co. No es preferible que la cantidad de sustitución de Co de más de un 10 % conduzca a una reducción en la B_r .

25 Además de cada elemento que se menciona en lo que antecede, se puede incluir un 0,01 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos de Cu. La inclusión de Cu conduce a la formación de una fase de R-Ga-Cu en la fase de frontera de dos granos, junto con una fase de R y una fase de R-Ga. La formación de la fase de R-Ga-Cu conduce a un aumento adicional en la H_{cJ} en comparación con el caso de la fase de R-Ga sola. El imán puede incluir el mismo grado de contenido de Al que habitualmente. El intervalo de la cantidad de Al en el que se ejercen efectos conocidos se ajusta a un 0,3 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico).

35 En la presente invención, la fase de R-T-Ga puede incluir: R: un 15 % en masa o más y un 65 % en masa o menos (preferiblemente, R: un 40 % en masa o más y un 65 % en masa o menos), T: un 20 % en masa o más y un 80 % en masa o menos, Ga: un 2 % en masa o más y un 20 % en masa o menos (cuando el contenido de R es un 40 % en masa o más y un 65 % en masa o menos, el contenido de T puede ser un 20 % en masa o más y un 55 % en masa o menos, y el contenido de Ga puede ser un 2 % en masa o más y un 15 % en masa o menos), y los ejemplos de la misma incluyen un compuesto de $R_6Fe_{13}Ga_1$ que tiene una estructura cristalina de tipo $La_6Co_{11}Ga_3$. La fase de R-T-Ga puede incluir otros elementos, excepto por los R, T y Ga que se mencionan en lo que antecede. La fase de R-T-Ga puede contener, como estos otros elementos, uno o más elementos que se seleccionan de entre tal como Al y Cu. La fase de R puede incluir un 95 % en masa o más de R, y los ejemplos de la misma incluyen Nd metálico que tiene una estructura de dhcp. La fase de R-Ga puede incluir un 70 % en masa o más y un 95 % en masa o menos de R, un 5 % en masa o más y un 30 % en masa o menos de Ga, y un 20 % en masa o menos (incluyendo 0) de Fe, y los ejemplos de la misma incluyen un compuesto de R_3Ga_1 . La fase de R-Ga-Cu puede ser una fase en la que el Ga de la fase de R-Ga se sustituye parcialmente con Cu, y los ejemplos de la misma incluyen un compuesto de $R_3(Ga,Cu)_1$. La fase de R-Ga forma a veces una fase con una composición pobre en Fe, que tiene otras estructuras tales como una estructura amorfa.

50 En la presente invención, el contenido de Fe o (Fe + Co) de una primera fase de frontera de grano que está ubicada entre dos fases principales (es decir, la fase de frontera de dos granos) es preferiblemente un 20 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico). Esto es debido a que el espesor de la fase de frontera de dos granos se puede aumentar mediante la disminución de la concentración de Fe o (Fe + Co) en la fase de frontera de dos granos. Una disminución en la concentración de (Fe + Co) también presenta el efecto de poder aumentar la H_{cJ} mediante el desacoplamiento de la interacción magnética entre las fases principales.

55 La cantidad de B en la presente invención se ajusta a la cantidad más baja que la cantidad de B ($1 / 17 \times 100$ (= un 5,88 % atómico)) que se define en la composición estequiométrica de la fase de $R_2T_{14}B$. Por lo tanto, si no se incluyen Ga y Cu dentro de un intervalo que se corresponde con un déficit de la cantidad de B (es decir, $1 / 17 \times 100 - $) (es la cantidad de B en términos de % atómico), se forma una fase de R_2T_{17} además de una fase de R-T-Ga, conduciendo a una reducción en la H_{cJ} . Mientras que, si Ga y Cu existen de forma excesiva, disminuye la proporción de la fase principal (la fase de $R_2T_{14}B$), no obteniendo por lo tanto una B_r alta. Por lo tanto, es preferible determinar las cantidades de adición de Ga y Cu que se corresponden con un déficit de la cantidad de B (es decir, $1 / 17 \times 100 - $). En concreto, cuando la composición no incluye Cu alguno, el contenido de Ga, en concreto, $<Ga> / (1 / 17 \times 100 -)$ (<Ga> es la cantidad de Ga en términos de % atómico) es preferiblemente 0,8 o más y 3,0 o menos en términos de una relación en número atómico. Cuando se incluye Cu, los contenidos de Ga y Cu, en concreto, $<Ga + Cu> / (1 / 17 \times 100 -)$ (<Ga + Cu> es la cantidad total de Ga y Cu en términos de %

atómico) es preferiblemente 1,0 o más y 3,0 o menos en términos de una relación en número atómico. Además, la cantidad de R y la cantidad de B, es decir, $\langle B \rangle / \langle R \rangle$ ($\langle R \rangle$ es la cantidad de R en términos de % atómico) es preferiblemente 0,37 o más y 0,42 o menos en términos de una relación en número atómico. En cualquier caso, una reducción en la B_r se inhibe en mayor medida y también la H_{cJ} se aumenta en mayor medida mediante el ajuste a un intervalo preferible.

En otra forma de realización preferida de la presente invención, una composición preferida del imán sinterizado a base de R-T-B es tal como sigue:

- R: un 13,0 % atómico o más y un 15 % atómico o menos (con R siendo Nd y / o Pr),
 - B: un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos,
 - Ga: un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos,
 - Al: 0,69 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico), y
- con el resto siendo T (T es un elemento de metal de transición, e incluye inevitablemente Fe) e impurezas inevitables.

Se pueden obtener una B_r alta y una H_{cJ} alta mediante la combinación de la cantidad de R, la cantidad de B y la cantidad de Ga dentro del intervalo anterior. Si una cualquiera de la cantidad de R, la cantidad de B y la cantidad de Ga se desvía con respecto al intervalo anterior, la formación de la fase de R-T-Ga disminuye o aumenta de forma excesiva. Si la fase de R-T-Ga disminuye de forma excesiva, la fase de frontera de dos granos, sobre la que no se forma(n) la fase de R y la fase de R-Ga, o la fase de R, la fase de R-Ga y la fase de R-Ga-Cu, aumenta en la totalidad del imán sinterizado a base de R-T-B, no aumentando por lo tanto el espesor de la fase de frontera de dos granos. Mientras tanto, si la fase de R-T-Ga se forma de forma excesiva en la fase de frontera de grano, la magnetización de la fase de R-T-Ga inhibe la separación magnética entre los granos de cristal en la totalidad del imán sinterizado a base de R-T-B, y también inhibe que aumente el espesor de la fase de frontera de dos granos.

R es Nd y / o Pr. El contenido de R se ajusta dentro de un intervalo de un 13 % atómico o más y un 15 % atómico o menos. El contenido de B es un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos y, preferiblemente, un 5,2 % atómico o más y un 5,43 % atómico o menos. El contenido de Ga es un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos y, preferiblemente, un 0,4 % atómico o más y un 0,6 % atómico o menos. El resto T es un elemento de metal de transición, e incluye inevitablemente Fe. Los ejemplos del elemento de metal de transición, excepto por Fe, incluyen Co. No es preferible que la cantidad de sustitución de Co de más de un 10 % conduzca a una reducción en la B_r . También se puede incluir una cantidad pequeña de V, Cr, Mn, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, W y similares.

En la presente forma de realización, además de cada elemento que se menciona en lo que antecede, se puede incluir un 0,01 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos de Cu. La inclusión de Cu conduce a la formación de una fase de R-Ga-Cu junto con la fase de R y la fase de R-Ga sobre la fase de frontera de dos granos. La formación de una fase de R-Ga-Cu conduce a un aumento adicional en la H_{cJ} en comparación con el caso de la fase de R-Ga sola. El imán puede tener el mismo grado de contenido de Al que habitualmente. El intervalo en el que se ejercen efectos conocidos se ajusta a un 0,69 % atómico o menos y, más preferiblemente, un 0,3 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico).

En la composición, el contenido de Ga se encuentra preferiblemente dentro de un intervalo de la siguiente expresión de desigualdad (1):

$$0,8 \leq \langle Ga \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle B \rangle) \leq 3,0 \quad (1)$$

en donde $\langle Ga \rangle$ es la cantidad de Ga en términos de % atómico y $\langle B \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

Más preferiblemente, el contenido de Ga es dentro de un intervalo de la siguiente expresión de desigualdad (2):

$$1,03 \leq \langle Ga \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle B \rangle) \leq 1,24 \quad (2)$$

en donde $\langle Ga \rangle$ es la cantidad de Ga en términos de % atómico y $\langle B \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

En el caso de incluir Cu, los contenidos de Ga y Cu se encuentran, preferiblemente, dentro de un intervalo de la siguiente expresión de desigualdad (3):

$$1,0 \leq \langle Ga + Cu \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle B \rangle) \leq 3,0 \quad (3)$$

en donde $\langle Ga + Cu \rangle$ es la cantidad total de Ga y Cu en términos de % atómico y $\langle B \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

Una relación en número atómico de la cantidad de B con respecto a la cantidad de R se encuentra preferiblemente

dentro de un intervalo de la siguiente expresión de desigualdad (4):

$$0,37 \leq \langle B \rangle / \langle R \rangle \leq 0,42 \quad (4)$$

5 en donde $\langle B \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico y $\langle R \rangle$ es la cantidad de R en términos de % atómico.

En cualquier caso, un ajuste dentro de un intervalo preferible conduce a una inhibición adicional de una reducción en la B_f y un aumento adicional en la H_{cJ} .

10 [Método de producción de un imán sinterizado a base de R-T-B]

Se describirá un ejemplo de un método de producción de un imán sinterizado a base de R-T-B. El método de producción de un imán sinterizado a base de R-T-B incluye una etapa de obtención de un polvo de aleación, una etapa de moldeo, una etapa de sinterización y una etapa de tratamiento térmico. Cada etapa se describirá en lo sucesivo.

15 (1) Etapa de obtención de polvo de aleación

Se preparan metales o aleaciones de los elementos respectivos con el fin de obtener la composición que se menciona en lo que antecede, y una aleación en copos se produce a partir de los mismos usando tal como un método de colada en tiras. La aleación en copos obtenida de este modo se somete a una decrepitación con hidrógeno para obtener un polvo triturado grueso que tiene un tamaño de 1,0 mm o menos. A continuación, el polvo triturado grueso se pulveriza finamente por un medio tal como un molino de chorro para obtener un polvo finamente pulverizado (un polvo de aleación) que tiene un diámetro de partícula D_{50} (un valor que se obtiene por medio de un método de difracción por láser usando un método de dispersión de flujo de aire (mediana de tamaño)) de 3 a 7 μm . Un lubricante conocido se puede usar como un adyuvante de pulverización en un polvo triturado grueso antes de la pulverización con molino de chorro, o un polvo de aleación durante y después de la pulverización con molino de chorro.

30 (2) Etapa de moldeo

Usando el polvo de aleación obtenido de este modo, se realiza un moldeo en un campo magnético para obtener un cuerpo moldeado. El moldeo en un campo magnético se puede realizar usando métodos opcionales conocidos de moldeo en un campo magnético, incluyendo un método de moldeo en seco en el que un polvo de aleación seco se carga en una cavidad de un troquel y, a continuación, se moldea al tiempo que se aplica un campo magnético, y un método de moldeo en húmedo en el que una pasta que contiene el polvo de aleación que se dispersa en la misma se inyecta en una cavidad de un troquel y, a continuación, se moldea al tiempo que se descarga un medio de dispersión de la pasta.

40 (3) Etapa de sinterización

El cuerpo moldeado se sinteriza para obtener un imán sinterizado. Se puede usar un método conocido para sinterizar el cuerpo moldeado. Para evitar la oxidación debida a una atmósfera durante la sinterización, preferiblemente la sinterización se realiza en una atmósfera de vacío o un gas atmosférico. Es preferible usar, como el gas atmosférico, un gas inerte tal como helio y argón.

(4) Etapa de tratamiento térmico

Preferiblemente, el imán sinterizado obtenido de este modo se somete a un tratamiento térmico para el fin de mejorar las propiedades magnéticas. Se pueden emplear condiciones conocidas para la temperatura de tratamiento térmico, el tiempo de tratamiento térmico y similares. Para ajustar el tamaño del imán sinterizado, el imán se puede someter a un mecanizado tal como molienda. En ese caso, el tratamiento térmico se puede realizar antes o después del mecanizado. El imán sinterizado también se puede someter a un tratamiento superficial. El tratamiento superficial puede ser un tratamiento superficial conocido, y es posible realizar un tratamiento superficial, por ejemplo, deposición en estado de vapor de Al, electrodeposición de Ni, recubrimiento con resina y similares.

Ejemplos

60 La presente invención se describirá con más detalle en lo sucesivo por medio de Ejemplos, pero la presente invención no se limita a los mismos.

Nd que tiene una pureza de un 99,5 % en masa o más, hierro electrolítico, Co electrolítico, Al, Cu, Ga y aleación de ferroboro se prepararon de tal modo que la composición de un imán sinterizado se volvió cada composición que se muestra en la Tabla 1 y la Tabla 2 y, a continuación, estas materias primas se fundieron y se sometieron a una colada por medio de un método de colada en tiras para obtener una aleación en copos que tiene un espesor de 0,2 a 0,4 mm. La aleación en copos obtenida de este modo se sometió a fragilidad con hidrógeno en una atmósfera de

hidrógeno presurizada y, a continuación, se sometió a un tratamiento de deshidrogenación de calentamiento a 550 °C a vacío y enfriamiento para obtener un polvo triturado grueso. Al polvo triturado grueso obtenido de este modo, se añadió estearato de zinc como un lubricante en la proporción de un 0,04 % en masa sobre la base de un 100 % en masa del polvo triturado grueso, seguido por mezclado. Usando un pulverizador de tipo flujo de aire (una máquina de molienda por chorro), la mezcla se sometió a una pulverización en seco en un flujo de gas nitrógeno para obtener un polvo finamente pulverizado (un polvo de aleación) que tiene un diámetro de partícula D50 (mediana de tamaño) de 4 µm. La concentración de oxígeno en un gas nitrógeno durante la pulverización se controló a 50 ppm o menos. El diámetro de partícula D50 es el valor que se obtiene por medio de un método de difracción por láser usando un método de dispersión de flujo de aire.

El polvo de aleación obtenido de este modo se mezcló con un medio de dispersión para preparar una pasta. Se usó dodecano normal como un disolvente, y se añadió caprilato de metilo como un lubricante. En lo que respecta a la concentración de la pasta, la proporción del polvo de aleación se ajustó a un 70 % en masa y la del medio de dispersión se ajustó a un 30 % en masa, mientras que la proporción del lubricante se ajustó a un 0,16 % en masa sobre la base de un 100 % en masa del polvo de aleación. La pasta se moldeó en un campo magnético para obtener un cuerpo moldeado. El campo magnético durante el moldeo era un campo magnético estático ajustado a 0,8 MA / m, y la presión de moldeo se ajustó a 5 MPa. Un dispositivo de moldeo usado era un así denominado dispositivo de moldeo de campo magnético perpendicular (un dispositivo de moldeo de campo magnético transversal) en el que una dirección de aplicación de campo magnético y una dirección de presión son perpendiculares la una con respecto a la otra.

El cuerpo moldeado obtenido de este modo se sinterizó a vacío a, Página de descripción de sustitución para la entrada en la fase Europea, 1.020 °C durante 4 horas para obtener un imán sinterizado. El imán sinterizado tenía una densidad de 7,5 Mg / m³ o más. El cuerpo sinterizado obtenido de este modo se sometió a un tratamiento térmico de retención a 800 °C durante 2 horas y enfriamiento a temperatura ambiente, seguido por una retención a 500 °C durante 2 horas y enfriamiento a temperatura ambiente para producir las muestras con n.º 1 a 11 de un imán sinterizado a base de R-T-B.

Los resultados del análisis de componentes (% en masa y % atómico) de las muestras con n.º 1 a 11 del imán sinterizado, y los resultados de las mediciones de oxígeno (O), nitrógeno (N) y carbono (C) se muestran en la Tabla 1 y la Tabla 2. El porcentaje atómico obtenido, cuando se ignoraron las impurezas, excepto por el oxígeno, el nitrógeno y el carbono, y la cantidad de Fe se ajustó de tal modo que la cantidad total se volvió 100 % en masa, y los valores de $\langle \text{Ga} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle)$, $\langle \text{Ga} + \text{Cu} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle)$ y $\langle \text{B} \rangle / \langle \text{R} \rangle$ (en relación atómica en cualquier caso) determinados a partir de estos resultados, se muestra en la Tabla 1 y la Tabla 2.

[Tabla 1]

N.º de muestra		Composición de imán sinterizado (% en masa)											Ga / (1 / 17 x 100 - B)	(Ga+Cu) / 1 / 17 x 100 - B	B / R	Observaciones	
		Nd	Fe	B	Co	Ga	Cu	Al	O	N	C						
1	% en masa	29,20	resto	0,88	0,50	0,20	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	13,04	resto	5,24	0,55	0,23	0,10	0,67	0,40	0,23	0,54			0,36	0,52	0,40	Ejemplo de la presente invención
2	% en masa	29,50	resto	0,91	0,50	0,50	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	13,18	resto	5,43	0,55	0,46	0,10	0,67	0,40	0,23	0,54			1,01	1,24	0,41	Ejemplo de la presente invención
3	% en masa	31,00	resto	0,90	0,50	0,50	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	14,01	resto	5,43	0,55	0,47	0,10	0,68	0,41	0,23	0,54			1,03	1,25	0,39	Ejemplo de la presente invención
4	% en masa	32,40	resto	0,89	0,50	0,60	0,00	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	14,80	resto	5,42	0,56	0,57	0,00	0,68	0,41	0,24	0,55			1,24	1,24	0,37	Ejemplo de la presente invención
5	% en masa	32,40	resto	0,89	0,50	0,50	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	14,80	resto	5,42	0,56	0,47	0,10	0,68	0,41	0,24	0,55			1,03	1,26	0,37	Ejemplo de la presente invención
6	% en masa	32,70	resto	0,91	0,50	1,00	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	14,97	resto	5,56	0,56	0,95	0,10	0,69	0,41	0,24	0,55			2,93	3,25	0,37	Ejemplo de la presente invención
7	% en masa	31,00	resto	0,85	0,50	0,50	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	14,07	resto	5,02	0,56	0,47	0,10	0,68	0,41	0,23	0,55			0,55	0,67	0,36	Ejemplo comparativo
8	% en masa	31,00	resto	0,88	0,50	0,10	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	14,01	resto	5,31	0,55	0,09	0,10	0,68	0,41	0,23	0,54			0,16	0,34	0,38	Ejemplo comparativo
9	% en masa	28,90	resto	0,90	0,50	0,25	0,10	0,28	0,10	0,05	0,10			-	-		
	% atómico	12,86	resto	5,34	0,55	0,23	0,10	0,67	0,40	0,23	0,54			0,43	0,61	0,42	Ejemplo comparativo

[Tabla 2]

N.º de muestra	Composición de imán sinterizado (% en masa)											Ga / (1 / 17 x 100 - B)	(Ga+Cu) / (1 / 17 x 100 - B)	B / R	Observaciones	
	Nd	Pr	Fe	B	Co	Ga	Cu	Al	O	N	C					
10	% en masa	31,50	0,00	resto	0,90	0,50	0,00	0,28	0,10	0,05	0,10	-	-	-	-	-
	% atómico	14,28	0,00	resto	5,44	0,56	0,00	0,69	0,41	0,23	0,55	1,07	1,07	0,38	Ejemplo de la presente invención	
11	% en masa	23,20	7,80	resto	0,90	1,00	0,55	0,28	0,10	0,05	0,10	-	-	-	-	-
	% atómico	10,48	3,61	resto	5,42	1,11	0,51	0,68	0,41	0,23	0,54	1,12	1,12	0,39	Ejemplo de la presente invención	

A continuación, cada una de las muestras con n.º 1 a 11 del imán sinterizado se cortó mediante mecanizado, seguido por el pulido de una sección transversal y una observación con SEM adicional. Cinco campos visuales de una primera fase de frontera de grano que está ubicada entre dos fases principales (es decir, una fase de frontera de dos granos) la longitud de la cual en una sección transversal de observación es 3 µm o más se seleccionaron de forma aleatoria. Para cada campo visual, la muestra se procesó hasta dar una forma de columna de aproximadamente 5 µm de espesor × aproximadamente 20 µm de anchura × aproximadamente 15 µm de altura en una cara de la observación con SEM con el fin de incluir la primera fase de frontera de grano seleccionada por medio de un método de micromuestreo usando un haz de iones focalizados (FIB, *focused ion beam*). Además, una muestra para un microscopio electrónico de transmisión (TEM, *transmission electron microscope*) se produjo por medio de un procesamiento de corte hasta que el espesor se volvió 80 nm o menos.

La muestra obtenida de este modo se observó por medio de un microscopio electrónico de transmisión (TEM) para medir el espesor de la primera fase de frontera de grano. Después de confirmar que la longitud de la fase de frontera de dos granos en la muestra es 3 µm o más, se evaluó el espesor de la primera fase de frontera de grano de la región (que tiene una longitud de 2 µm o más) que excluye la región dentro de aproximadamente 0,5 µm desde cerca del borde con una segunda fase de frontera de grano que está ubicada entre tres o más fases principales. El valor máximo se consideró como el espesor de la fase de frontera de grano. Después de determinar la región en la que el espesor de la fase de frontera de dos granos es el más grande, el valor máximo del espesor de la fase de frontera de dos granos se midió aumentando el aumento de TEM con el fin de medir con precisión el espesor. Se realizó un análisis similar para la totalidad de las cinco muestras de la primera fase de frontera de grano. Los resultados del promedio se muestran en la Tabla 3.

Las muestras con n.º 1 a 11 del imán sinterizado se mecanizaron para producir las muestras de 7 mm de longitud × 7 mm de anchura × 7 mm de espesor, y la B_r y la H_{cJ} de cada muestra se midieron por medio de un trazador de B-H. Los resultados obtenidos de este modo se muestran en la Tabla 3.

[Tabla 3]

N.º de muestra	Espesor de la primera fase de frontera de grano (promedio, n = 5) [nm]	Br [T]	HcJ [MA / m]	Observaciones
1	5,8	1,39	1,30	Ejemplo de la presente invención
2	6,3	1,40	1,35	Ejemplo de la presente invención
3	15,2	1,36	1,55	Ejemplo de la presente invención
4	18,9	1,30	1,57	Ejemplo de la presente invención
5	24,8	1,30	1,60	Ejemplo de la presente invención
6	9,8	1,30	1,43	Ejemplo de la presente invención
7	4,1	1,34	1,16	Ejemplo comparativo
8	3,9	1,37	1,03	Ejemplo comparativo
9	3,3	1,39	1,00	Ejemplo comparativo
10	14,2	1,33	1,52	Ejemplo de la presente invención
11	16,7	1,35	1,53	Ejemplo de la presente invención

Tal como se muestra en la Tabla 3, todas las muestras con n.º 1 a 6, 10 y 11 de la presente invención, en las que una primera fase de frontera de grano (es decir, la fase de frontera de dos granos) tiene un espesor de 5 nm o más y 30 nm o menos, mostraron una B_r alta y una H_{cJ} alta. También se puso de manifiesto que las muestras con n.º 3, 4, 5, 10 y 11, en las que una primera fase de frontera de grano tiene un espesor de 10 nm o más, mostraron una H_{cJ} particularmente alta. Los resultados de la B_r y la H_{cJ} en la Tabla 3 se muestran en la figura 1. Las representaciones gráficas en forma de rombo de color negro 1 a 6, 10 y 11 en la figura 1 indican las muestras con n.º 1 a 6, 10 y 11 de los Ejemplos de la presente invención, mientras que las representaciones gráficas en forma de triángulo de color blanco 7 a 9 indican las muestras con n.º 7 a 9 de los ejemplos comparativos. Tal como se muestra en la figura 1, cuando se realiza una comparación entre dos muestras en las que la composición, excepto por la cantidad de B, es casi la misma, en concreto, entre el n.º de muestra 3 (un ejemplo de la presente invención) en la que la primera fase de frontera de grano tiene un espesor de 15,2 nm y el n.º de muestra 7 (un ejemplo comparativo) en la que la primera fase de frontera de grano tiene un espesor de 4,1 nm, es evidente que el n.º de muestra 3 (un ejemplo de la presente invención) muestra una B_r más alta y una H_{cJ} más alta.

Tal como se muestra de forma esquemática en la figura 2(b) que es una vista ampliada de una sección transversal del imán sinterizado que se muestra en la figura 2(a), hubo un caso en el que una región que tiene un espesor más grande y una región que tiene un espesor más pequeño coexisten en la primera fase de frontera de grano. En tal caso, el valor máximo de la región que tiene un espesor más grande se definió como el espesor de la primera fase de frontera de grano. En lo que respecta a la primera fase de frontera de grano, se evalúa la región que excluye la región dentro de al menos 0,5 µm con respecto a la segunda fase de frontera de grano que se confirma en los

campos visuales de observación de TEM.

- 5 En lo que respecta a la composición de la fase de frontera de grano cuando se realizó una observación con TEM del n.º de muestra 5, se realizó un análisis de puntos (tamaño de haz de 2 nm) de Nd, Fe, Co, Cu, Ga, Al y O por medio de una espectroscopía de rayos X por energía dispersiva (EDX). Como resultado del cálculo del porcentaje atómico a partir de los resultados de análisis de estos elementos, la proporción de (Fe + Co) era de un 16 % atómico.

Aplicabilidad industrial

- 10 El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con la presente invención se puede emplear de forma conveniente en motores para vehículos híbridos y vehículos eléctricos.

Descripción de los números de referencia

- 15 20, 22: primera fase de frontera de grano
24: Región que tiene un espesor más grande
26: Región que tiene un espesor más pequeño
30, 32: segunda fase de frontera de grano
35A, 35B: Borde
20 40, 42: Fase principal

REIVINDICACIONES

1. Un imán sinterizado a base de R-T-B que incluye un compuesto de tipo Nd₂Fe₁₄B como una fase principal que comprende:

5

la fase principal;
una primera fase de frontera de grano que está ubicada entre dos fases principales; y
una segunda fase de frontera de grano que está ubicada entre tres o más fases principales,

10 **caracterizado por que** se encuentra presente la primera fase de frontera de grano que tiene un espesor de 5 nm o más y 30 nm o menos, y,
la composición del imán sinterizado a base de R-T-B comprende:

15 R: un 13,0 % atómico o más y un 15 % atómico o menos (con R siendo Nd y / o Pr),
B: un 5,2 % atómico o más y un 5,6 % atómico o menos,
Ga: un 0,2 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos,
Al: 0,69 % atómico o menos incluyendo un 0 % atómico, y
con el resto siendo T, T es un elemento de metal de transición e incluye inevitablemente Fe, e impurezas inevitables.

20

2. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende adicionalmente:
Cu: un 0,01 % atómico o más y un 1,0 % atómico o menos.

25 3. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el contenido de Al es un 0,3 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico).

4. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el contenido de B es un 5,2 % atómico o más y un 5,43 % atómico o menos.

30 5. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el contenido de Ga es un 0,4 % atómico o más y un 0,6 % atómico o menos.

6. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que satisface la siguiente expresión de desigualdad (1):

35

$$0,8 \leq \langle \text{Ga} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle) \leq 3,0 \quad (1)$$

en donde $\langle \text{Ga} \rangle$ es la cantidad de Ga en términos de % atómico y $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

40

7. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con la reivindicación 6, que satisface la siguiente expresión de desigualdad (2):

45

$$1,03 \leq \langle \text{Ga} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle) \leq 1,24 \quad (2)$$

en donde $\langle \text{Ga} \rangle$ es la cantidad de Ga en términos de % atómico y $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

50 8. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con la reivindicación 2 o una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 7 citando la reivindicación 2, que satisface la siguiente expresión de desigualdad (3):

$$1,0 \leq \langle \text{Ga} + \text{Cu} \rangle / (1 / 17 \times 100 - \langle \text{B} \rangle) \leq 3,0 \quad (3)$$

55 en donde $\langle \text{Ga} + \text{Cu} \rangle$ es la cantidad total de Ga y Cu en términos de % atómico y $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico.

9. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la primera fase de frontera de grano tiene un espesor de 10 nm o más y 30 nm o menos.

60 10. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde una relación en número atómico de la cantidad de B con respecto a la cantidad de R satisface la siguiente expresión de desigualdad (4):

65

$$0,37 \leq \langle \text{B} \rangle / \langle \text{R} \rangle \leq 0,42 \quad (4)$$

en donde $\langle \text{B} \rangle$ es la cantidad de B en términos de % atómico y $\langle \text{R} \rangle$ es la cantidad de R en términos de % atómico.

11. El imán sinterizado a base de R-T-B de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el contenido de Fe o (Fe + Co) de la primera fase de frontera de grano es un 20 % atómico o menos (incluyendo un 0 % atómico).

Fig. 1

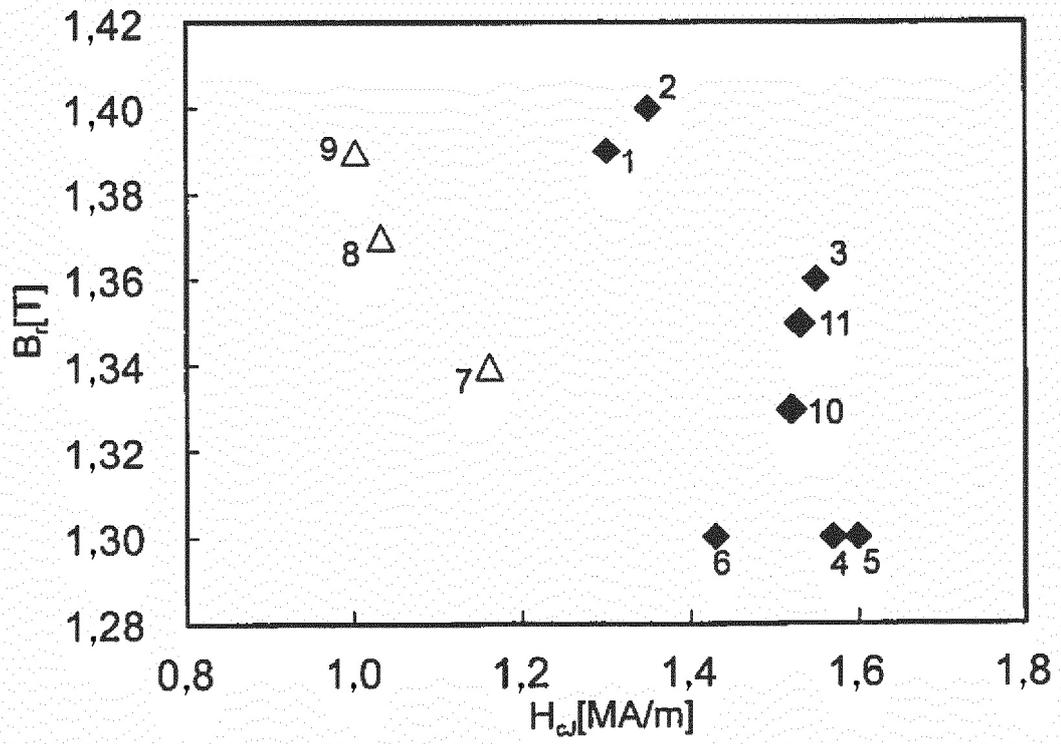


Fig. 2

