

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 949**

51 Int. Cl.:

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 41/02 (2006.01)

C23C 14/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.11.2015 PCT/CN2015/093951**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.11.2016 WO16176974**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2015 E 15884914 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 3121823**

54 Título: **Procedimiento para preparar un material magnético permanente de tierras raras con una difusión intercrystalina utilizando una diana compuesta mediante deposición en fase vapor**

30 Prioridad:

07.05.2015 CN 201510230782

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

13.02.2019

73 Titular/es:

**ADVANCED TECHNOLOGY & MATERIALS CO., LTD. (100.0%)
No. 76 Xueyuan Nanlu,
Haidian District, Beijing 100081, CN**

72 Inventor/es:

**ZHOU, LEI;
LIU, TAO;
LIN, DE y
YU, XIAOJUN**

74 Agente/Representante:

TORNER LASALLE, Elisabet

ES 2 699 949 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

Procedimiento para preparar un material magnético permanente de tierras raras con una difusión intercrystalina utilizando una diana compuesta mediante deposición en fase vapor

Antecedentes

5 Campo de la solicitud

La presente solicitud pertenece al campo técnico de materiales magnéticos permanentes de tierras raras y versa, específicamente, acerca de un procedimiento para preparar un material magnético permanente de tierras raras con una difusión intercrystalina utilizando una diana compuesta mediante deposición en fase vapor, en la que la película metálica compuesta está formada en la superficie de neodimio-hierro-boro (NdFeB) mediante deposición en fase vapor, y se llevan a cabo un tratamiento a temperatura media-alta y un tratamiento de curado a temperatura baja, de forma que se mejore el rendimiento de los imanes.

Antecedentes de la solicitud

La solicitud de materiales magnéticos permanentes de neodimio-hierro-boro (NdFeB) aumenta cada día en los campos, tales como los de vehículos híbridos, de generación de energía eólica y similares. Estas aplicaciones requieren imanes que funcionen a una temperatura elevada durante mucho tiempo, por lo tanto, es necesario que los imanes tengan una mayor fuerza coercitiva (H_{cj}). Sin embargo, con la disminución del tamaño de los imanes de NdFeB mecanizados, evidentemente se reduce la fuerza coercitiva. El Nd en fase principal Nd₂Fe₁₄B del imán es sustituido por un elemento de tierras raras pesadas tal como Dy o Tb para formar (Nd, Dy)₂Fe₁₄B y (Nd, Tb)₂Fe₁₄B cuya anisotropía es mejor que la de Nd₂Fe₁₄B, este es un procedimiento eficaz para mejorar la H_{cj} del imán sinterizado de NdFeB. Sin embargo, el elemento de tierra rara pesada Dy o Tb como un recurso es escaso y costoso; además, los momentos magnéticos de Nd y hierro están dispuestos en paralelo, y el momento magnético de Dy y hierro y el momento magnético de Tb y hierro están dispuestos de forma antiparalela, lo que provoca la reducción de la remanencia magnética Br y del máximo producto de energía magnética (BH)_{max} del imán. Por lo tanto, la búsqueda de un procedimiento de preparación y de tratamiento para mejorar de forma eficaz la fuerza coercitiva y reducir ligeramente la remanencia magnética y el producto de energía magnética, ha llegado a ser un elemento de consenso en los campos de investigación y de fabricación del imán de NdFeB, y muchos equipos están comprometidos en tal investigación.

Recientemente, muchos equipos de investigación o individuos han divulgado una variedad de tecnologías de tratamiento de difusión intercrystalina en el que se difunde el elemento de tierras raras en el interior de la matriz desde la superficie del imán. Las tecnologías de tratamiento de la difusión intercrystalina adopta, principalmente, un revestimiento, una deposición, una electrodeposición, una deposición catódica, una adherencia y similares para adherir polvos o compuestos metálicos (Dy, Tb u otros elementos de tierras raras) a la superficie externa del imán, y adopta un tratamiento térmico para difundir los polvos o compuestos metálicos en la fase principal del imán sinterizado a través de la junta intergranular, que afecta mucho a la composición, la microestructura y el rendimiento magnético de los imanes sinterizados de NdFeB. Entre ellas, las tecnologías principales son la evaporación, la deposición catódica y el revestimiento. La tecnología de evaporación o de deposición catódica consiste en depositar Dy, Tb y otros elementos de tierras raras sobre la superficie del imán sinterizado de NdFeB y, subsiguientemente, se llevan a cabo un tratamiento térmico y una difusión. La tecnología de revestimiento consiste en recubrir con los compuestos de tierras raras, tales como polvos de fluoruro o de óxido, la superficie del imán, y luego se lleva a cabo un calentamiento para su difusión. Los elementos permeados de tierras raras pueden ser distribuidos de forma óptima junto con la junta intergranular y el área superficial del grano de fase principal mediante el procedimiento mencionado anteriormente, por lo tanto, no solo se mejora la fuerza coercitiva, sino que también se ahorra el uso de una cantidad de tierras raras preciosas y no se reducen de forma significativa la remanencia magnética ni el producto de energía magnética. Sin embargo, sigue habiendo problemas que necesitan ser resueltos: (1) el procedimiento en el que se adhiere Dy o Tb a la superficie del imán sinterizado de NdFeB utilizando una deposición catódica tiene una productividad reducida, tiene un coste de producción demasiado elevado, introduce con facilidad defectos tales como picaduras de fusión y similares y tiene un uso reducido de metales pesados de tierras raras dado que se distribuye una gran cantidad de metales de tierras raras en la cámara del horno durante la evaporación; (2) la desventaja del procedimiento en el que se adhiere polvo de fluoruro o de óxido de Dy o Tb a la superficie del imán y se lleva a cabo un calentamiento, o la desventaja del procedimiento en el que se introduce el imán en los polvos mezclados de polvos de fluoruro o de óxido de Dy o Tb y polvos de hidruro de calcio y se lleva a cabo un calentamiento como sigue: se aumenta el número del procedimiento; el coste es elevado, además, para el revestimiento de la superficie con óxido o fluoruro de tierras raras y un calentamiento para su difusión; existen problemas de limitación del aumento de la fuerza coercitiva, haciendo que otros elementos entren en el imán por difusión, etc. Después de que se mecaniza el imán de NdFeB y se limpia la superficie del mismo mediante lavado con agua, lavado con ácido, etc., el imán de NdFeB se encuentra en el estado de poder llevar a cabo el tratamiento superficial de sedimentación iónica tal como niquelado, electroaluminación y similares, y luego se adhieren polvo de fluoruro o de óxido a la superficie del imán de NdFeB y se lleva a cabo un calentamiento. La capa superficial que está compuesta de óxido o fluoruro de Dy o Tb para desplazar Nd se forma en la superficie después del

calentamiento. Aunque la operación para adherir polvo de fluoruro o de óxido es económica, el procedimiento para eliminar la capa superficial también aumentará el coste del imán; (3) además, dado que Dy o Tb es costoso, el uso más eficaz de Dy o Tb también es un problema clave en este tipo de tecnología.

5 La deposición en fase vapor es un procedimiento en el que las materias primas gaseosas reaccionan en la superficie del sustrato sólido y se depositan para formar una capa delgada sólida o una película delgada. En la actualidad, no se ha documentado el procedimiento para mejorar el rendimiento de la fuerza coercitiva de los imanes en el que se evapora un metal compuesto hecho del elemento pesado de tierras raras Dy o Tb y otros elementos tales como Cu, Nd, Al, Pr y similares sobre la superficie del NdFeB utilizando dianas compuestas mediante deposición en fase vapor y se genera la difusión intercrystalina.

10 La bibliografía relevante de patentes con respecto a la presente invención incluye:

US 2011/052799 A1: "Method for recycling scrap magnets; including a step of metal evaporation, in which the evaporated metal adheres to the grain boundary of the recycled magnet";

US 2014/329007 A1: "Method for producing a rare earth sintered magnet";

15 EP 2169689 A1: "A rare earth sintered magnet comprising of a light rare earth element as a major rare earth element and a heavy rare earth element".

Sumario

Objeto de la solicitud

20 Para las desventajas de la técnica, un objeto de la presente solicitud es proporcionar un procedimiento para preparar un material magnético permanente de tierras raras con una difusión intercrystalina utilizando una diana compuesta mediante deposición en fase vapor, de forma que se mejore la fuerza coercitiva del material magnético permanente y, entre tanto, que se garantice que apenas se reduzcan la remanencia magnética y el producto de energía magnética.

25 Solución técnica

Para conseguir el objeto mencionado anteriormente, la presente solicitud emplea las siguientes soluciones técnicas, según la reivindicación 1.

Un procedimiento para preparar un material magnético permanente de tierras raras con una difusión intercrystalina utilizando una diana compuesta mediante deposición en fase vapor, comprende:

30 etapa 1 de: preparar la diana compuesta que tiene la fórmula química $H_{100-x-y}M_xQ_y$, en la que: H es Dy y/o Tb, M es Nd y/o Pr, Q es uno o más elementos seleccionados del grupo de Cu, Al, Zn y Sn, estando x en el intervalo de 0 a 20 y estando y en el intervalo de 0 a 40, que son un porcentaje atómico de composición correspondiente en la diana compuesta y x e y no pueden ser cero simultáneamente;

35 etapa 2 de: mecanizar un imán sinterizado de NdFeB creando el imán con forma y tamaño requeridos, y luego limpiar y secar la superficie del imán, obteniendo, de ese modo, un imán de NdFeB que ha de ser tratado;

40 etapa 3 de: apilar, de forma alterna, el imán compuesto y el imán de NdFeB que ha de ser tratado, a su vez, y colocado en un equipo de procesamiento, siendo la capa superior y la capa inferior las dianas compuestas, revestir la superficie del imán de NdFeB que ha de ser tratado con la película metálica con la condición especificada (en concreto, a temperatura media-alta) utilizando la diana compuesta como una fuente de evaporación y generando una difusión intercrystalina, y luego enfriar junto con el equipo de procesamiento, obteniendo, de ese modo, un imán de NdFeB que ha generado una difusión; y

45 etapa 4 de: templar el imán de NdFeB que ha generado una difusión (en concreto, curar el imán de NdFeB que ha generado una difusión a temperatura reducida) para revestir uniformemente el exterior de las partículas de fase primaria con la fase de junta intergranular, obteniendo, de ese modo, un imán cuyo rendimiento ha sido mejorado.

La diana compuesta es $Tb_{95}Cu_5$, $Tb_{98}Al_2$ o $Tb_{95,9}Dy_{0,4}Nd_{0,7}Zn_2Sn_1$.

50 Como realización preferente, en la etapa 1 del procedimiento mencionado anteriormente, se prepara la diana compuesta mediante el procedimiento que comprende: pesar la materia prima correspondiente según el porcentaje atómico de cada composición de la diana compuesta; y formar la diana compuesta con el tamaño requerido mediante fundición, colada, forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado, a su vez. Se mejora la densidad de la diana compuesta mediante forjado, laminación en caliente y laminación en frío, afectando, de ese modo, a la vida útil de trabajo y a la evaporatividad de la diana. El grosor de la diana compuesta afecta a la resistencia de la diana y al efecto del subsiguiente tratamiento de penetración. Para dianas compuestas con el

mismo peso, con la misma condición de tratamiento, la diana compuesta con la mayor área superficial, en concreto la diana compuesta con el grosor más delgado tiene un rendimiento de penetración más obvio. Preferentemente, el tamaño requerido de la diana compuesta es un grosor de 0,5 a 3 mm, una longitud de 180 a 300 mm y una anchura de 100 a 240 mm. Preferentemente, la fundición se lleva cabo utilizando un horno de inducción de frecuencia media al vacío, y el grado de vacío no es superior a 10^{-2} Pa (tal como 0,05 Pa, 0,1 Pa, 0,5 Pa, 1 Pa, 2 Pa y 3 Pa) y, más preferentemente, el grado de vacío es de 10^{-2-1} Pa.

Como realización preferente, en la etapa 2 del procedimiento mencionado anteriormente, el procedimiento de limpieza de la superficie es como sigue: colocar el imán de NdFeB en un depósito de desengrasado y remojarlo durante 10 a 15 minutos para eliminar la suciedad grasienta de la superficie del imán en primer lugar, y luego llevar a cabo el primer lavado con agua, lavado con ácido, el segundo lavado con agua y el tratamiento ultrasónico, a su vez, y, finalmente, secar la superficie del imán de NdFeB utilizando aire comprimido. Preferentemente, el tiempo del lavado con ácido se encuentra en el intervalo de 20 a 45 segundos (tal como 22 s, 28s, 35 s, 39 s y 44 s), el tiempo del tratamiento ultrasónico se encuentra en el intervalo de 20 a 45 segundos (tal como 22 s, 28 s, 35 s, 39 s y 44 s).

No hay un requisito estricto para el tamaño del imán de NdFeB que ha de ser tratado en el procedimiento mencionado anteriormente. Como realización preferente, el grosor del imán de NdFeB que ha de ser tratado se encuentra en el intervalo de 1 a 8 mm (tal como 2 mm, 4 mm, 6 mm y 7 mm) en la dirección de orientación. El procedimiento de la presente solicitud puede ser utilizado para tratar los imanes de NdFeB con una forma plana sencilla, tal como un cuadrado, un círculo y similares.

Como realización preferente, en la etapa 3 del procedimiento mencionado anteriormente, una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta, y el área superficial de la diana compuesta es mayor que la del imán de NdFeB que ha de ser tratado.

Como realización preferente, en la etapa 3 del procedimiento mencionado anteriormente, la condición especificada es como sigue: el grado de vacío no es superior a 10^{-3} Pa (tal como 5×10^{-4} Pa, 1×10^{-4} Pa, 8×10^{-5} Pa, 5×10^{-5} Pa y 1×10^{-6} Pa), la temperatura de retención se encuentra en el intervalo de 650 a 900 °C (tal como 650 °C, 700 °C, 750 °C, 800 °C, 850 °C y 900 °C), y el tiempo de retención se encuentra en el intervalo de 5 a 50 horas (tal como 6 h, 10 h, 20 h, 30 h, 40 h y 48 h); la temperatura después del enfriamiento junto con el equipo de procesamiento no es superior a 50 °C (tal como 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C y 45 °C). Más preferentemente, la temperatura de retención en la etapa 3 se encuentra en el intervalo de 700 a 850 °C, el tiempo de retención en la etapa 3 se encuentra en el intervalo de 5 a 35 h.

Como realización preferente, en la etapa 4 del procedimiento mencionado anteriormente, la condición del tratamiento de templado es como sigue: la temperatura de templado se encuentra en el intervalo de 420 a 640 °C (tal como 420 °C, 460 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C y 630 °C), el tiempo de templado se encuentra en el intervalo de 2 a 10 horas (tal como 3 h, 4 h, 6 h, 8 h y 9 h), el imán de NdFeB es enfriado de forma natural hasta temperatura ambiente después del tratamiento de templado.

El equipo de procesamiento en la etapa 3 del procedimiento mencionado anteriormente puede ser un horno de tratamiento térmico al vacío.

La clave para la tecnología de la etapa 3 en el procedimiento mencionado anteriormente es que se supera la desventaja de distribuir una gran cantidad de metal de tierras raras en la cámara del horno para que un procedimiento de deposición en fase vapor tenga como resultado una baja tasa de uso de los metales pesados de tierras raras, y que se puede generar un rendimiento aditivo de reducción de la adhesión redundante mediante el uso eficaz de la cantidad de evaporación de tierras raras para mejorar la tasa de uso del material.

En la presente solicitud, se forma una película metálica que contiene elementos pesados de tierras raras y elementos metálicos auxiliares en la superficie del imán sinterizado de NdFeB a una temperatura media-alta utilizando la diana metálica compuesta como una fuente de evaporación de temperatura elevada. La evaporación, la adhesión y la difusión intercrystalina se producen simultáneamente, los elementos pesados de tierras raras y los metales auxiliares son difundidos en el imán a través de la junta intergranular a esa temperatura durante cierto tiempo, y se produce la reacción de sustitución entre los elementos pesados de tierras raras y el Nd de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ en el límite de la fase principal, de manera que se forme la fase $(\text{Nd}, \text{H})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ con anisotropía elevada. Con referencia a la Figura 2, se puede ver evidentemente una zona reticular de transición en la microestructura. La zona de transición puede hacer que los imanes controlen el crecimiento del dominio nuclear con una polarización magnética inversa en el procedimiento de inversión de la polarización magnética; por lo tanto, se aumenta la fuerza coercitiva del imán en 0,400~1,300 T, y se reduce la remanencia magnética del mismo en menos de un 4,5%. Cuando se mejora la fuerza coercitiva del imán en la misma cantidad, en comparación con el procedimiento tradicional para mejorar el rendimiento del imán (es decir, elementos de tierras raras como Dy, Tb, etc. depositados sobre la superficie del imán de NdFeB utilizando tecnología de deposición en fase vapor), se puede reducir la cantidad de uso de las tierras raras pesadas un 10 a un 20% en la presente solicitud y, mientras tanto, la tasa de disminución de la remanencia magnética es muy baja.

El procedimiento de la presente solicitud es un procedimiento en el que se condensa el metal que contiene elementos pesados de tierras raras y elementos auxiliares con buena humectabilidad y es fijado a la superficie del NdFeB y se lleva a cabo un tratamiento a temperatura media-alta. En la presente solicitud, la diana compuesta que está fabricada de materiales con distintas temperaturas de fusión es utilizada como fuente de material de evaporación. Dado que las fuerzas entre partículas dentro de los materiales son distintas, se aumenta la energía interna de la diana de aleación integral, lo que tiene como resultado que se reduzca la temperatura de fusión de la misma, lo que hace que la diana compuesta tenga una temperatura de evaporación baja (en concreto, una temperatura de tratamiento baja) en comparación con las dianas de metal puro.

Efectos beneficiosos

El procedimiento para preparar la diana compuesta es sencillo, la temperatura de difusión de la diana compuesta depositada por la deposición en fase vapor es menor que la de otras tecnologías de difusión intercrystalina y puede garantizar que los elementos pesados de tierras raras se junten en el área común del límite de la fase principal y de la fase rica en neodimio; por lo tanto, se mejora notablemente la fuerza coercitiva del imán de NdFeB. La presente solicitud proporciona una vía novedosa para mejorar el rendimiento de material magnético permanente de tierras raras de NdFeB. El uso del procedimiento de la presente solicitud mejora el rendimiento del imán, por una parte, la eficacia es elevada, por otra parte, se reduce mucho la cantidad de uso de tierras raras pesadas, reduciendo, de ese modo, el coste del producto y haciendo que el producto tenga una mayor relación de rendimiento-coste; además, también se pueden eliminar defectos como picaduras de fusión, el crecimiento del grano cristalino, etc., producidos por el tratamiento a temperatura elevada durante un tiempo prolongado. Los elementos metálicos auxiliares utilizados son sencillos de disolver en fase líquida rica en Nd a temperatura elevada, lo que ayuda a mejorar la fluencia y la humectabilidad de la fase rica en Nd a temperatura elevada, siendo más conducente, de ese modo, a una difusión intercrystalina, y que también mejora, evidentemente, la resistencia a la corrosión del imán. El procedimiento para preparar material magnético permanente de tierras raras de NdFeB con una difusión intercrystalina, puede reducir efectivamente la temperatura de tratamiento de la difusión intercrystalina, logrando, de ese modo, la difusión intercrystalina a baja temperatura. Por otra parte, el procedimiento puede controlar de forma eficaz la cantidad de evaporación, mejorando, de ese modo, la tasa de uso de los materiales de evaporación. Por otra parte, el tratamiento de difusión intercrystalina a temperatura reducida puede evitar defectos tales como picaduras de fusión, el crecimiento anormal del grano cristalino y similares del imán, mejorando, de ese modo, el rendimiento del imán por el tratamiento de difusión intercrystalina. Además, se mejoran de forma significativa los rendimientos de resistencia a la corrosión y mecánicos del imán mediante la adición de los elementos no pesados de tierras raras.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un diagrama de flujo del procedimiento en la presente solicitud;

la Fig. 2 es una imagen de la microestructura del imán obtenido finalmente en la realización 1 de la presente solicitud;

la Fig. 3 es una curva de variación del rendimiento del imán antes del tratamiento y del imán después del tratamiento en la realización 1 de la presente solicitud.

Descripción detallada de las realizaciones

De aquí en adelante, se describirá adicionalmente la presente solicitud en combinación con realizaciones, las realizaciones de la presente solicitud solo se utilizan para explicar la presente solicitud sin limitar la presente solicitud.

El imán de NdFeB que ha de ser tratado utilizado en el siguiente procedimiento es un imán sinterizado de NdFeB, los imanes sinterizados de NdFeB utilizados en cada realización son del mismo lote y del mismo tipo.

La Figura 1 muestra el flujo de procesamiento del procedimiento de la presente solicitud, que incluye las siguientes etapas: mecanizar el imán sinterizado formando rodajas delgadas, limpiar la superficie del imán, tratar a temperatura media-alta y tratamiento de curado a temperatura baja. A continuación, se proporcionan realizaciones específicas.

Realización 1

(1) La preparación de la diana compuesta $Tb_{98}Cu_2$ (en la que el subíndice es el contenido de porcentaje atómico del elemento correspondiente) es como sigue: polvo de las sustancias elementales Tb (cuya pureza es del 99,95%) y Cu (cuya pureza es del 99,95%), como materias primas, es pesado según la relación de la fórmula química de la diana compuesta, y va seguido por su colocación en un horno de inducción de frecuencia media al vacío y por su fundición con la condición de grado de vacío de 10^{-2} Pa a la temperatura de 1040°C durante 15 min, y luego se cuele el líquido de la aleación fundida a un molde de colada; a continuación, se forma la diana compuesta con un grosor de 2 mm, una longitud de 240 mm y una anchura de 160 mm mediante forjado, laminación en caliente, laminación

en frío y mecanizado; y luego se elimina la película de óxido, etc. en la superficie de la diana compuesta para mantener la planicidad de la superficie diana.

(2) Se mecaniza el gran imán sinterizado de NdFeB mecanizando el imán sinterizado con el tamaño mostrado en la Tabla 1, y seguido por su colocación en un depósito de desengrasado y por su remojo durante 10 min para eliminar la suciedad grasienta en la superficie del imán, y luego se lava la superficie con agua, con ácido nítrico diluido (cuya concentración es del 0,5% en peso) durante aproximadamente 40 s, y con agua, a su vez, a continuación se lleva a cabo un tratamiento ultrasónico durante 35 s, y finalmente se lleva a cabo un secado rápido utilizando aire comprimido intenso, obteniendo, de ese modo, el imán de NdFeB que ha de ser tratado.

(3) Una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado en la etapa (2) es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta obtenida en la etapa (1), y luego se colocan en un horno de tratamiento térmico al vacío y son tratadas a 700°C durante 24 horas con la condición de grado de vacío de 10^{-4} Pa utilizando la diana compuesta como una fuente de evaporación; y seguido por su enfriamiento hasta aproximadamente 50 °C con el horno.

(4) Se coloca el imán de NdFeB tratado en la etapa (3) en un horno de templado, llevándose a cabo el tratamiento de templado a 500°C durante 5 horas, y seguido por ser enfriado de forma natural hasta una temperatura ambiente, obteniendo, de ese modo, el imán cuyo rendimiento ha sido mejorado.

Con referencia a la Figura 2, es una imagen de la microestructura del imán obtenido en la presente realización, en comparación con los procedimientos tradicionales (tales como el procedimiento descrito en la patente con número de publicación CN101404195), la estructura reticular completa en la microestructura del imán preparado mediante el procedimiento tradicional no puede ser vista (con referencia a la Figura 1 en la patente, cuyo número público es CN101404195); sin embargo, se observa de manera obvia que la estructura reticular en la microestructura del imán en esta realización de la presente solicitud, que muestra que la superficie de la partícula de fase principal está revestida con una capa delgada continua rica en tierras raras. Por una parte, la capa delgada puede evitar que el dominio nuclear con polarización magnética inversa se nucleee y crezca en un campo externo bajo; por otra parte, la capa delgada también tiene un efecto muy bueno de desmagnetización-acoplamiento sobre las partículas de fase principal. Por lo tanto, se puede mejorar de forma significativa la fuerza coercitiva. Al mismo tiempo, la cantidad de elementos pesados de tierras raras Dy y Tb contenida es baja; se reduce mucho la caída de la remanencia magnética.

Se someten a ensayo el rendimiento de los imanes antes del tratamiento y de después del tratamiento utilizando el procedimiento de la presente realización según el estándar de GB/T3217-1992. Después del tratamiento de templado, se corta el imán formando un cilindro con un diámetro de 10 mm, para el ensayo, en comparación con el imán antes del tratamiento medio-alto y el tratamiento de curado a baja temperatura; el imán, después del tratamiento medio-alto y el tratamiento de curado a baja temperatura tiene una fuerza coercitiva aumentada en 1,099 T tiene una remanencia magnética ligeramente reducida y reducida en 33 mT; la tasa de disminución de la remanencia magnética es de 2,3%, según se muestra en la Figura 3. En la Tabla 1 se muestran el rendimiento del imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) y el rendimiento del imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4), es decir, el imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) es el imán en la realización comparativa mostrada en la Figura 3, el imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) es el imán cuyo rendimiento ha sido mejorado en la presente solicitud.

Realización 2

(1) La preparación de la diana compuesta $Tb_{95}Cu_5$ (en la que el subíndice es el contenido de porcentaje atómico del elemento correspondiente) es como sigue: polvo de las sustancias elementales Tb (cuya pureza es del 99,95%) y Cu (cuya pureza es del 99,95%), como materias primas, son pesadas según la relación de la fórmula química de la diana compuesta, y va seguido por su colocación en un horno de inducción de frecuencia media al vacío y por su fundición con la condición de grado de vacío de 10^{-2} Pa a la temperatura de 1042°C durante 15 min, y luego se cuela el líquido de la aleación fundida a un molde de colada; a continuación, se forma la diana compuesta con un grosor de 2,2 mm, una longitud de 220 mm y una anchura de 140 mm mediante forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado; y luego se elimina la película de óxido, etc. en la superficie de la diana para mantener la planicidad de la superficie diana.

(2) Se mecaniza el imán sinterizado de NdFeB mediante una máquina de sinterizado formando el imán sinterizado con el tamaño mostrado en la Tabla 1, y luego se limpia y se seca la superficie utilizando aire comprimido, cuyo contenido específico es el mismo que el de la etapa (2) de la realización 1.

(3) Una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado en la etapa (2) es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta obtenida en la etapa (1), y luego se colocan en un horno de tratamiento térmico al vacío y son tratadas a 690°C durante 30 horas con la condición de grado de vacío de 10^{-4} Pa; y seguido por su enfriamiento hasta aproximadamente 45 °C con el horno.

(4) Se coloca el imán de NdFeB tratado en la etapa (3) en un horno de templado, llevándose a cabo el tratamiento de templado a 510°C durante 5 horas, y seguido por ser enfriado de forma natural hasta una temperatura ambiente, obteniendo, de ese modo, el imán cuyo rendimiento ha sido mejorado.

5 La microestructura del imán obtenido en esta realización es básicamente la misma que la microestructura mostrada en la Figura 2, que no se proporciona reiteradamente en la presente memoria. Puede verse por la figura que la estructura reticular en la microestructura del imán en esta realización de la presente solicitud se observa de manera obvia, lo que muestra que la superficie de la partícula de fase principal está revestida con una capa delgada continua rica en tierras raras. Por una parte, la capa delgada puede evitar que el dominio nuclear con polarización magnética inversa se nucleee y crezca en un campo magnético externo bajo; por otra parte, la capa delgada también tiene un efecto muy bueno de desmagnetización-acoplamiento sobre las partículas de fase principal. Por lo tanto, se puede mejorar de forma significativa la fuerza coercitiva. Al mismo tiempo, la cantidad de elementos pesados de tierras raras Dy y Tb contenida es baja; se reduce mucho la caída de la remanencia magnética.

10 Se somete a ensayo el rendimiento del imán obtenido utilizando el procedimiento de la presente realización según el procedimiento para el ensayo del rendimiento del imán en la realización 1. El resultado muestra que se aumenta la fuerza coercitiva del imán en 0,851 T, y tiene una remanencia magnética ligeramente reducida y reducida en 28 mT; la tasa de disminución de la remanencia magnética es de 2%. En la Tabla 1 se muestran el rendimiento del imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) y rendimiento del imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4).

Realización 3

20 (1) La preparación de la diana compuesta Tb₉₇Nd₁Al₂ (en la que el subíndice es el contenido de porcentaje atómico del elemento correspondiente) es como sigue: polvo de sustancia elemental Tb (cuya pureza es del 99,95%), de sustancia elemental Nd (cuya pureza es del 99,95%) y de Cu (cuya pureza es del 99,95%), como materias primas, son pesadas según la relación de la fórmula química de la diana compuesta, y va seguido por su colocación en un horno de inducción de frecuencia media al vacío y por su fundición con la condición de grado de vacío de 10⁻² Pa a la temperatura de 1040°C durante 15 min, y luego se cuele el líquido de la aleación fundida a un molde de colada; a continuación, se forma la diana compuesta con un grosor de 3,0 mm, una longitud de 200 mm y una anchura de 110 mm mediante forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado; y luego se elimina la película de óxido, etc. en la superficie de la diana para mantener la planicidad de la superficie diana.

30 (2) Se mecaniza el imán sinterizado de NdFeB mediante una máquina de sinterizado formando el imán sinterizado con el tamaño mostrado en la Tabla 1, y luego se limpia y se seca la superficie utilizando aire comprimido, cuyo contenido específico es el mismo que el de la etapa (2) de la realización 1.

35 (3) Una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado en la etapa (2) es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta obtenida en la etapa (1), y luego se colocan en un horno de tratamiento térmico al vacío y son tratadas a 820°C durante 35 horas con la condición de grado de vacío de 5×10⁻⁴ Pa; y seguido por su enfriamiento hasta aproximadamente 40 °C con el horno.

40 (4) Se coloca el imán de NdFeB tratado en la etapa (3) en un horno de templado, llevándose a cabo el tratamiento de templado a 470°C durante 5 horas, y seguido por ser enfriado de forma natural hasta una temperatura ambiente.

45 La microestructura del imán obtenido en esta realización es básicamente la misma que la microestructura mostrada en la Figura 2, que no se proporciona reiteradamente en la presente memoria. Puede verse en la figura que la estructura reticular en la microestructura del imán en esta realización de la presente solicitud se observa de manera obvia, lo que muestra que la superficie de la partícula de fase principal está revestida con una capa delgada continua rica en tierras raras. Por una parte, la capa delgada puede evitar que el dominio nuclear con polarización magnética inversa se nucleee y crezca en un campo magnético externo bajo; por otra parte, la capa delgada también tiene un efecto muy bueno de desmagnetización-acoplamiento sobre las partículas de fase principal. Por lo tanto, se puede mejorar de forma significativa la fuerza coercitiva. Al mismo tiempo, la cantidad de elementos pesados de tierras raras Dy y Tb contenida es baja; se reduce mucho la caída de la remanencia magnética.

50 Se somete a ensayo el rendimiento del imán obtenido utilizando el procedimiento de la presente realización según el procedimiento para el ensayo del rendimiento del imán en la realización 1. El resultado muestra que se aumenta la fuerza coercitiva del imán en 0,764 T, y tiene una remanencia magnética ligeramente reducida y reducida en 4 mT; la tasa de disminución de la remanencia magnética es de 0,3%. En la Tabla 1 se muestran el rendimiento del imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) y el rendimiento del imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4).

Realización 4

(1) La preparación de la diana compuesta Dy₉₈Al₂ (en la que el subíndice es el contenido de porcentaje atómico del elemento correspondiente) es como sigue: polvo de las sustancias elementales Dy (cuya pureza es del 99,95%), y Al (cuya pureza es del 99,95%), como materias primas, son pesadas según la relación de la fórmula química de la

diana compuesta, y va seguido por su colocación en un horno de inducción de frecuencia media al vacío y por su fundición a la temperatura de 1048°C durante 15 min, y luego se cuela el líquido de la aleación fundida a un molde de colada; a continuación, se forma la diana compuesta con un grosor de 2,0 mm, una longitud de 190 mm y una anchura de 110 mm mediante forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado; y luego se elimina la película de óxido, etc. en la superficie de la diana para mantener la planicidad de la superficie diana.

(2) Se mecaniza el imán sinterizado de NdFeB mediante una máquina de sinterizado formando el imán sinterizado con el tamaño mostrado en la Tabla 1, y luego se limpia y se seca la superficie utilizando aire comprimido, cuyo contenido específico es el mismo que el de la etapa (2) de la realización 1.

(3) Una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado en la etapa (2) es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta obtenida en la etapa (1), y luego se colocan en un horno de tratamiento térmico al vacío y son tratadas a 790°C durante 30 horas con la condición de grado de vacío de 10^{-4} Pa; y seguido por su enfriamiento hasta aproximadamente 50 °C con el horno.

(4) Se coloca el imán de NdFeB tratado en la etapa (3) en un horno de templado, llevándose a cabo el tratamiento de templado a 460°C durante 5 horas, y seguido por ser enfriado de forma natural hasta una temperatura ambiente.

La microestructura del imán obtenido en esta realización es básicamente la misma que la microestructura mostrada en la Figura 2, que no se proporciona reiteradamente en la presente memoria. Puede verse en la figura que la estructura reticular en la microestructura del imán en esta realización de la presente solicitud se observa de manera obvia, lo que muestra que la superficie de la partícula de fase principal está revestida con una capa delgada continua rica en tierras raras. Por una parte, la capa delgada puede evitar que el dominio nuclear con polarización magnética inversa se nucleee y crezca en un campo magnético externo bajo; por otra parte, la capa delgada también tiene un efecto muy bueno de desmagnetización-acoplamiento sobre las partículas de fase principal. Por lo tanto, se puede mejorar de forma significativa la fuerza coercitiva. Al mismo tiempo, la cantidad de elementos pesados de tierras raras Dy y Tb contenida es baja; se reduce mucho la caída de la remanencia magnética.

Se somete a ensayo el rendimiento del imán obtenido utilizando el procedimiento de la presente realización según el procedimiento para el ensayo del rendimiento del imán en la realización 1. El resultado muestra que se aumenta la fuerza coercitiva del imán en 0,410 T, y tiene una remanencia magnética ligeramente reducida y reducida en 24 mT; la tasa de disminución de la remanencia magnética es de 1,7%. En la Tabla 1 se muestran el rendimiento del imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) y el rendimiento del imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4).

Realización 5

(1) La preparación de la diana compuesta Tb₉₈Al₂ (en la que el subíndice es el contenido de porcentaje atómico del elemento correspondiente) es como sigue: polvo de las sustancias elementales Tb (cuya pureza es del 99,95%), y Al (cuya pureza es del 99,95%), como materias primas, son pesadas según la relación de la fórmula química de la diana compuesta, y va seguido por su colocación en un horno de inducción de frecuencia media al vacío y por su fundición con la condición de grado de vacío de 10^{-2} Pa a la temperatura de 1039°C durante 15 min, y luego se cuela el líquido de la aleación fundida a un molde de colada; a continuación, se forma la diana compuesta con un grosor de 1,5 mm, una longitud de 200 mm y una anchura de 140 mm mediante forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado; y luego se elimina la película de óxido, etc. en la superficie de la diana para mantener la planicidad de la superficie diana.

(2) Se mecaniza el imán sinterizado de NdFeB mediante una máquina de sinterizado formando el imán sinterizado con el tamaño mostrado en la Tabla 1, y luego se limpia y se seca la superficie utilizando aire comprimido, cuyo contenido específico es el mismo que el de la etapa (2) de la realización 1.

(3) Una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado en la etapa (2) es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta obtenida en la etapa (1), y luego se colocan en un horno de tratamiento térmico al vacío, se realiza una conservación de calor a 835°C durante 35 horas con la condición de grado de vacío de 10^{-4} Pa; y seguido por su enfriamiento hasta aproximadamente 50 °C con el horno.

(4) Se coloca el imán de NdFeB tratado en la etapa (3) en un horno de templado, llevándose a cabo el tratamiento de templado a 450°C durante 5 horas, y seguido por ser enfriado de forma natural hasta una temperatura ambiente.

La microestructura del imán obtenido en esta realización es básicamente la misma que la microestructura mostrada en la Figura 2, que no se proporciona reiteradamente en la presente memoria. Puede verse por la figura que la estructura reticular en la microestructura del imán en esta realización de la presente solicitud se observa de manera obvia, lo que muestra que la superficie de la partícula de fase principal está revestida con una capa delgada continua rica en tierras raras. Por una parte, la capa delgada puede evitar que el dominio nuclear con polarización magnética inversa se nucleee y crezca en un campo magnético externo bajo; por otra parte, la capa delgada también tiene un efecto muy bueno de desmagnetización-acoplamiento sobre las partículas de fase principal. Por lo tanto, se puede

mejorar de forma significativa la fuerza coercitiva. Al mismo tiempo, la cantidad de elementos pesados de tierras raras Dy y Tb contenida es baja; se reduce mucho la caída de la remanencia magnética.

5 Se somete a ensayo el rendimiento del imán obtenido utilizando el procedimiento de la presente realización según el procedimiento para el ensayo del rendimiento del imán en la realización 1. El resultado muestra que se aumenta la fuerza coercitiva del imán en 0,718 T, y tiene una remanencia magnética ligeramente reducida y reducida en 22 mT; la tasa de disminución de la remanencia magnética es de 1,7%. En la Tabla 1 se muestran el rendimiento del imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) y el rendimiento del imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4).

Realización 6

10 (1) La preparación de la diana compuesta $Tb_{95,9}Dy_{0,4}Nd_{0,7}Zn_2Sn_1$ (en la que el subíndice es el contenido de porcentaje atómico del elemento correspondiente) es como sigue: polvo de sustancia elemental Tb (cuya pureza es del 99,95%), de sustancia elemental Dy (cuya pureza es del 99,95%), de sustancia elemental Nd (cuya pureza es del 99,95%), de sustancia elemental Zn (cuya pureza es del 99,95%) y de sustancia elemental Sn (cuya pureza es del 99,95%), como materias primas, son pesadas según la relación de la fórmula química de la diana compuesta, y va seguido por su colocación en un horno de inducción de frecuencia media al vacío y por su fundición a la temperatura de 1041°C durante 15 min, y luego se cuela el líquido de la aleación fundida a un molde de colada; a continuación, se forma la diana compuesta con un grosor de 1,5 mm, una longitud de 200 mm y una anchura de 150 mm mediante forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado; y luego se elimina la película de óxido, etc. en la superficie de la diana para mantener la planicidad de la superficie diana.

15 (2) Se mecaniza el imán sinterizado de NdFeB mediante una máquina de sinterizado formando el imán sinterizado con el tamaño mostrado en la Tabla 1, y luego se limpia y se seca la superficie utilizando aire comprimido, cuyo contenido específico es el mismo que el de la etapa (2) de la realización 1.

25 (3) Una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado en la etapa (2) es intercalada entre dos piezas de la diana compuesta obtenida en la etapa (1), y luego se colocan en un horno de tratamiento térmico al vacío, se realiza una conservación de calor a 800°C durante 35 horas con la condición de grado de vacío de 10^{-4} Pa; y seguido por su enfriamiento hasta aproximadamente 50 °C con el horno.

30 (4) Se coloca el imán de NdFeB tratado en la etapa (3) en un horno de templado, llevándose a cabo el tratamiento de templado a 490°C durante 5 horas, y seguido por ser enfriado de forma natural hasta una temperatura ambiente.

35 La microestructura del imán obtenido en esta realización es básicamente la misma que la microestructura mostrada en la Figura 2, que no se proporciona reiteradamente en la presente memoria. Puede verse en la figura que la estructura reticular en la microestructura del imán en esta realización de la presente solicitud se observa de manera obvia, lo que muestra que la superficie de la partícula de fase principal está revestida con una capa delgada continua rica en tierras raras. Por una parte, la capa delgada puede evitar que el dominio nuclear con polarización magnética inversa se nucleee y crezca en un campo magnético externo bajo; por otra parte, la capa delgada también tiene un efecto muy bueno de desmagnetización-acoplamiento sobre las partículas de fase principal. Por lo tanto, se puede mejorar de forma significativa la fuerza coercitiva. Al mismo tiempo, la cantidad de elementos pesados de tierras raras Dy y Tb contenida es baja; se reduce mucho la caída de la remanencia magnética.

40 Se somete a ensayo el rendimiento del imán obtenido utilizando el procedimiento de la presente realización según el procedimiento para el ensayo del rendimiento del imán en la realización 1. El resultado muestra que se aumenta la fuerza coercitiva del imán en 0,906 T, y tiene una remanencia magnética ligeramente reducida y reducida en 6 mT; la tasa de disminución de la remanencia magnética es de 0,5%. En la Tabla 1 se muestran el rendimiento del imán de NdFeB que ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4) y el rendimiento del imán de NdFeB que no ha sido tratado utilizando las etapas (3) y (4).

Tabla 1. Resultados del ensayo de rendimiento de los imanes de seis realizaciones

Realización nº	Tamaño del imán permanente	Fuerza coercitiva [T]		Remanencia magnética [T]	
		Antes del tratamiento	Después del tratamiento	Antes del tratamiento	Después del tratamiento
Realización 1	11*2*4 mm	1,308	2,406	1,437	1,404
Realización 2	42*15*4,3 mm	1,753	2,604	1,384	1,356
Realización 3	36,3*15*6 mm	2,488	3,252	1,33	1,326
Realización 4	22*11*5,5 mm	1,735	2,145	1,39	1,366
Realización 5	50*15*5,95 mm	2,463	3,181	1,303	1,281
Realización 6	24*12*6 mm	3,226	4,132	1,183	1,177

El resultado de cada realización en la Tabla 1 muestra que se mejora la fuerza coercitiva en 0,410-1,099 T y que solo se reduce la remanencia magnética en 0,3%-2,3%; estos resultados se obtienen con las condiciones preferentes

Realizaciones 7 a 15

- 5 Para demostrar mejor que distintas dianas compuestas tienen un efecto sobre el rendimiento del imán en la presente solicitud, a continuación se ilustran las realizaciones 7 a 15 (fuera del alcance de la invención) y la realización comparativa 1; en la Tabla 2 se muestra la fórmula química de cada diana compuesta en las realizaciones 7 a 15; el procedimiento para preparar los imanes en cada realización y en la realización comparativa es el mismo que el de la realización 1; el tamaño de los imanes que no han sido tratados en cada realización y en la realización comparativa es idéntico al de la realización 1; el tamaño de la diana compuesta es el mismo que el de la realización 1; el procedimiento para someter a ensayo el rendimiento de los imanes obtenidos en cada realización y en el ejemplo comparativo es el mismo que el de la realización 1; los resultados del ensayo hacen referencia a la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados del ensayo del rendimiento de los imanes de las realizaciones 7 a 15 (fuera del alcance de la invención) y de la realización comparativa 1

Realización nº	Fórmula química de la diana compuesta	Fuerza coercitiva [T]		Remanencia magnética [T]	
		Antes del tratamiento	Después del tratamiento	Antes del tratamiento	Después del tratamiento
Realización 7	Tb ₉₇ Cu ₃	1,308	2,411	1,437	1,414
Realización 8	Tb ₉₄ Cu ₆	1,308	2,324	1,437	1,421
Realización 9	Tb ₉₇ Nd ₂ Al ₁	1,308	2,356	1,437	1,413
Realización 10	Dy ₉₉ Al ₁	1,308	1,978	1,437	1,417
Realización 11	Tb ₉₇ Al ₃	1,308	2,366	1,437	1,408
Realización 12	Tb ₉₄ Dy _{0,8} Nd _{1,2} Zn ₁ Sn ₃	1,308	2,385	1,437	1,406
Realización 13	Tb ₉₈ Cu ₁ Al ₁	1,308	2,417	1,437	1,407
Realización 14	Tb ₆₅ Al ₃₅	1,308	2,021	1,437	1,418
Realización 15	Tb ₉₀ Al ₁₀	1,308	2,217	1,437	1,410
Realización comparativa 1	Tb ₂₀ Dy ₃₈ Al ₄₂	1,308	1,650	1,437	1,427

15

Realizaciones 16 a 23

- 20 Para demostrar mejor que la temperatura de retención en la etapa (3) de la presente solicitud y la temperatura de templado en la etapa (4) de la presente solicitud tienen un efecto sobre el rendimiento del imán; a continuación, se ilustran las realizaciones 16 a 23. En las realizaciones 16 a 23, otros parámetros son idénticos a los de la realización 1 excepto que la temperatura de retención en la etapa (3) y la temperatura de templado en la etapa (4) son distintas de las de la realización 1, el procedimiento para someter a ensayo el rendimiento del imán de cada realización es el mismo que el de la realización 1; los resultados del ensayo hacen referencia a la Tabla 3. Al mismo tiempo, se proporcionan realizaciones comparativas 2 y 3. En las realizaciones comparativas 2 y 3, otros parámetros son idénticos a los de la realización 1 excepto que la temperatura de retención en la etapa (3) y la temperatura de templado en la etapa (4) son distintas de las de la realización 1; los resultados del ensayo hacen referencia a la Tabla 3.

En la Tabla 3 puede verse que la temperatura de retención y la temperatura de templado tienen una influencia significativa sobre la fuerza coercitiva y la remanencia magnética de los imanes.

Tabla 3. Resultados del ensayo de rendimiento de los imanes de las realizaciones 16 a 23

Realización nº	Temperatura de retención en la etapa (3)	Temperatura de templado en la etapa (4)	Fuerza coercitiva [T]		Remanencia magnética [T]	
			Antes del tratamiento	Después del tratamiento	Antes del tratamiento	Después del tratamiento
Realización 16	750°C	420°C	1,308	2,430	1,437	1,393
Realización 17	750°C	460°C	1,308	2,450	1,437	1,395
Realización 18	800°C	550°C	1,308	2,489	1,437	1,392
Realización 19	800°C	630°C	1,308	2,450	1,437	1,398
Realización 20	850°C	460°C	1,308	2,579	1,437	1,383

ES 2 699 949 T3

Realización nº	Temperatura de retención en la etapa (3)	Temperatura de templado en la etapa (4)	Fuerza coercitiva [T]		Remanencia magnética [T]	
			Antes del tratamiento	Después del tratamiento	Antes del tratamiento	Después del tratamiento
Realización 21	850°C	630°C	1,308	2,525	1,437	1,382
Realización 1	700°C	500°C	1,308	2,406	1,437	1,404
Realización 22	650°C	500°C	1,308	1,877	1,437	1,423
Realización 23	880°C	420°C	1,308	2,550	1,437	1,376
Realización comparativa 2	600°C	500°C	1,308	1,450	1,437	1,430
Realización comparativa 3	800°C	660°C	1,308	1,544	1,437	1,421

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar un material magnético permanente de tierras raras con una difusión intercrystalina utilizando una diana compuesta mediante deposición en fase vapor, que comprende:

etapa 1 de: preparar la diana compuesta que tiene la fórmula química $H_{100-x-y}M_xQ_y$, en la que:

5 H es Dy y/o Tb,

M es Nd y/o Pr,

Q es uno o más elementos seleccionados del grupo de Cu, Al, Zn y Sn,

10 x está en el intervalo de 0 a 20 y y está en el intervalo de 0 a 40 son porcentajes atómicos de la composición correspondiente en la diana compuesta, y

x e y no pueden ser cero simultáneamente;

15 etapa 2 de: mecanizar un imán sinterizado de NdFeB para formar el imán con forma y tamaño requeridos, y luego limpiar y secar la superficie del imán, obteniendo, de ese modo, un imán de NdFeB que ha de ser tratado;

etapa 3 de: apilar, de forma alterna, la diana compuesta y el imán de NdFeB que ha de ser tratado, a su vez, y colocándolos en un equipo de procesamiento, siendo tanto la capa superior como la capa inferior las dianas compuestas, revestir la superficie del imán de NdFeB que ha de ser tratada con la película metálica con la condición especificada utilizando la diana compuesta como fuente de evaporación y generando una difusión intercrystalina, y luego enfriar junto con el equipo de procesamiento, obteniendo, de ese modo, un imán de NdFeB que ha generado una difusión; y

25 etapa 4 de: templar el imán de NdFeB que ha generado una difusión para revestir uniformemente el exterior de las partículas de fase primaria con la fase de junta intergranular, obteniendo, de ese modo, un imán cuyo rendimiento es mejorado;

caracterizado porque la diana compuesta es $Tb_{95}Cu_5$, $Tb_{98}Al_2$ o $Tb_{95,9}Dy_{0,4}Nd_{0,7}Zn_2Sn_1$.

30 2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

en la etapa 1, se prepara la diana compuesta mediante el procedimiento que comprende:

pesar la materia prima correspondiente según el porcentaje atómico de cada composición de la diana compuesta; y formar la diana compuesta con el tamaño requerido mediante fundición, colada, forjado, laminación en caliente, laminación en frío y mecanizado, a su vez, preferentemente se lleva a cabo la fundición utilizando un horno de inducción de frecuencia media al vacío y el grado de vacío no es superior a 10^{-2} Pa.

3. El procedimiento según la reivindicación 2, en el que:

40 el tamaño requerido de la diana compuesta tiene un grosor de 0,5 a 3 mm, una longitud de 180 a 300 mm y una anchura de 100 a 240 mm.

4. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

en la etapa 2, el procedimiento de limpieza de la superficie es como sigue:

45 colocar el imán de NdFeB en un depósito de desengrasado y remojar durante 10 a 15 minutos para eliminar, en primer lugar, la suciedad grasienta de la superficie del imán,

y luego llevar a cabo el primer lavado con agua, lavado con ácido, el segundo lavado con agua y el tratamiento ultrasónico, a su vez,

50 y secar, finalmente, la superficie del imán de NdFeB utilizando aire comprimido,

preferentemente, el tiempo del lavado con ácido se encuentra en el intervalo de 20 a 45 segundos, el tiempo del tratamiento ultrasónico se encuentra en el intervalo de 20 a 45 segundos.

5. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

55 el grosor del imán de NdFeB que ha de ser tratado se encuentra en el intervalo de 1 a 8 mm en la dirección de orientación.

6. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

en la etapa 3, se intercala una pieza del imán de NdFeB que ha de ser tratado entre dos piezas de la diana compuesta, y el área superficial de la diana compuesta es superior a la del imán de NdFeB que ha de ser tratado.

5 7. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

la condición especificada en la etapa 3 es como sigue:

el grado de vacío no es superior a 10^{-3} Pa,

la temperatura de retención se encuentra en el intervalo de 650 a 900 °C, y

10

el tiempo de retención se encuentra en el intervalo de 5 a 50 horas;

la temperatura después del enfriamiento junto con el equipo de procesamiento no es superior a 50 °C,

15

preferentemente, en la etapa 3, la temperatura de retención se encuentra en el intervalo de 700 a 850 °C, el tiempo de retención se encuentra en el intervalo de 5 a 35 horas.

8. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

la condición del tratamiento de templado en la etapa 4 es como sigue:

20

la temperatura de templado se encuentra en el intervalo de 420 a 640 °C, el tiempo de templado se encuentra en el intervalo de 2 a 10 horas y el imán de NdFeB es enfriado de forma natural hasta la temperatura ambiente después del tratamiento de templado.

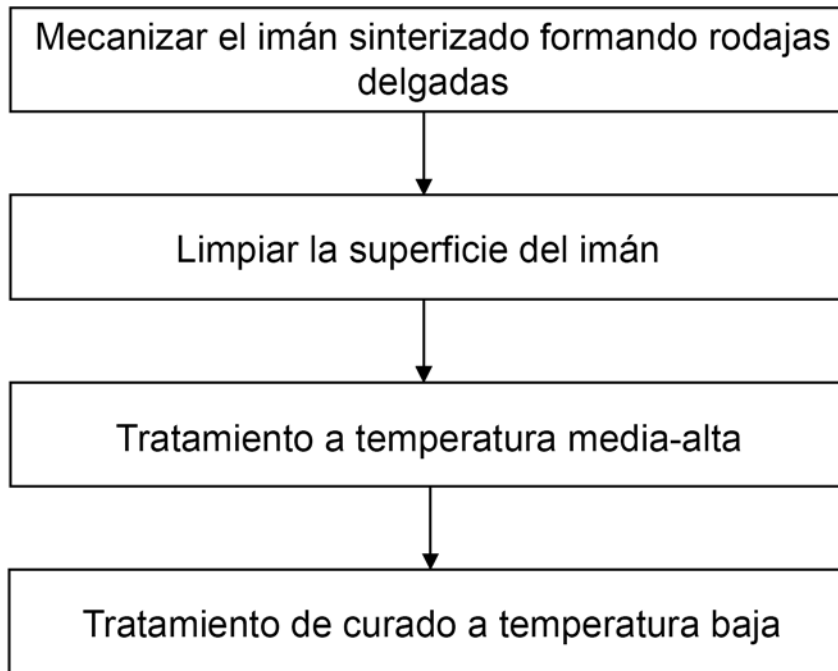


Fig.1

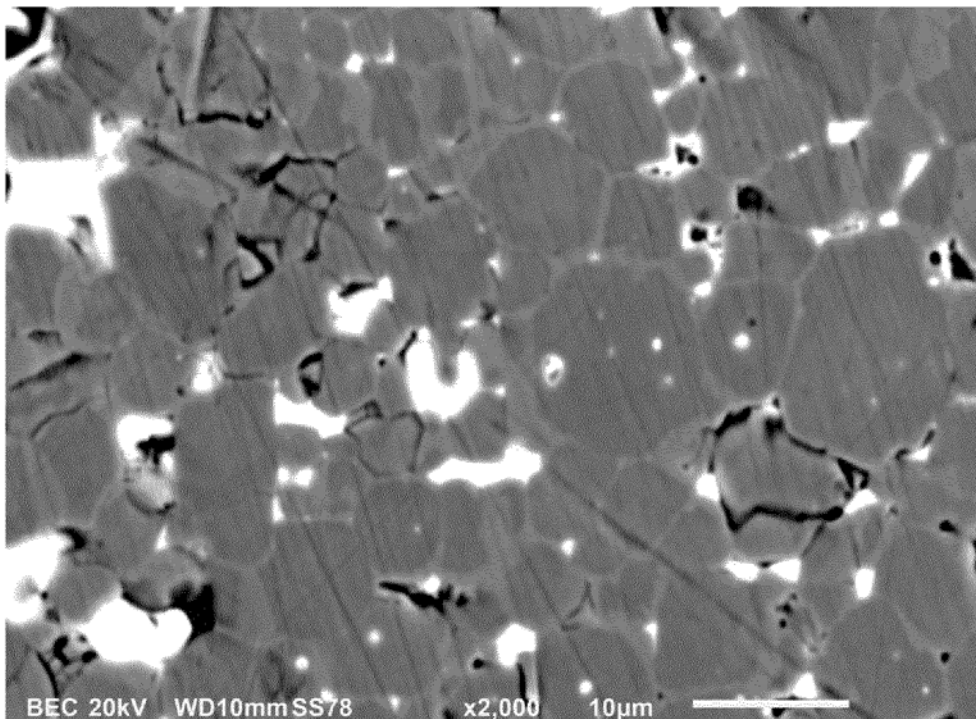


Fig.2

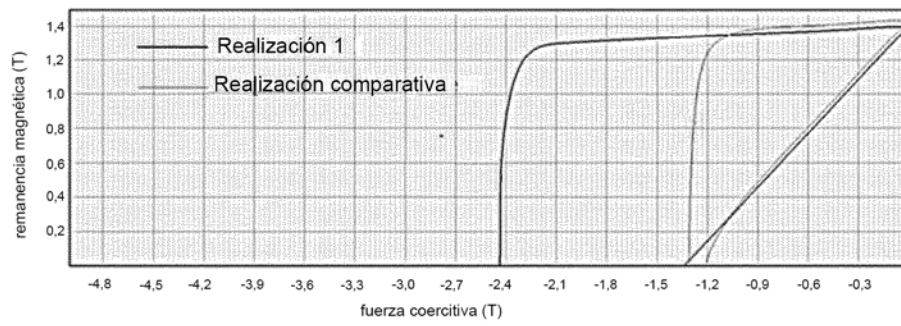


Fig.3