

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 706 798**

51 Int. Cl.:

C22C 38/16 (2006.01)

H01F 1/053 (2006.01)

H01F 1/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.11.2014 PCT/CN2014/092225**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.06.2015 WO15078362**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.11.2014 E 14866431 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2018 EP 3075874**

54 Título: **Imán de tierras raras con bajo contenido en B**

30 Prioridad:

27.11.2013 CN 201310639023

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

01.04.2019

73 Titular/es:

**XIAMEN TUNGSTEN CO. LTD. (100.0%)
No. 1005 Anling Road, Huli, Xiamen
Fujian 361009, CN**

72 Inventor/es:

**NAGATA, HIROSHI y
YU, RONG**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 706 798 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 de tierras raras con bajo contenido en B

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al campo de tecnología de fabricación imanes y en particular a un imán de tierras raras con bajo contenido en B.

Antecedentes de la invención

10 Como para imán de altas propiedades con $(BH)_{max}$ que excede de $318,3 \text{ kJ/m}^3$ (40 MGOe) usado en diversos motores eléctricos o generadores eléctricos de alto rendimiento, es extraordinariamente necesario para el desarrollo de un "imán de componentes con bajo contenido en B" disminuyendo el uso de elemento no magnético B para obtener un imán de alta magnetización.

15 En la actualidad, el desarrollo de un "imán de componentes con bajo contenido en B" ha adoptado diversas maneras; sin embargo, aún no se ha desarrollado ningún producto comercializado correspondiente. La mayor desventaja de un "imán de componentes con bajo contenido en B" se encuentra en el deterioro de la cuadratura (también conocida como H_k o SQ) de la curva de desimantación. La razón es bastante complicada, que se debe principalmente a la falta parcial de B en el límite de grano provocada por la existencia de la fase R_2Fe_{17} y la falta de una fase rica en B (fase $R_{1,1}T_4B_4$).

20 La patente japonesa publicada 2013-70062 desvela un imán de tierras raras con bajo contenido en B, que comprende R (la R es al menos un elemento de tierras raras que comprende Y, Nd es un componente esencial), B, Al, Cu, Zr, Co, O, C y Fe como el componente principal, el contenido de cada elemento es: 25-34 % en peso de R, 0,87~0,94 % en peso de B, 0,03~0,3 % en peso de Al, 0,03~0,11 % en peso de Cu, 0,03~0,25 % en peso de Zr, menos del 3 % en peso de Co (no contiene 0 % atómico), 0,03~0,1 % en peso de O, 0,03~0,15 % en peso de C y siendo el resto Fe. En esta divulgación disminuyendo el contenido de B, el contenido de fase rica en B se disminuye en consecuencia, aumentando por lo tanto la relación de volumen de la fase principal y obteniendo finalmente un imán con alto Br. Normalmente, cuando se disminuye el contenido de B, se formaría la fase R_2T_{17} con propiedad magnética blanda (generalmente la fase R_2T_{17}), la coercitividad (H_{cj}) del imán se disminuiría extremadamente fácilmente en consecuencia. Pero en esta divulgación añadiendo cantidades menores de Cu, se suprime la precipitación de la fase R_2T_{17} , y formando adicionalmente la fase $R_2T_{14}C$ (generalmente la fase $R_2Fe_{14}C$) que mejora H_{cj} y Br.

30 Sin embargo, la divulgación anteriormente indicada aún falla en resolver el problema intrínseco de baja cuadratura (H_k/H_{cj} , también conocida como SQ) del imán de bajo contenido en B; puede observarse a partir de las realizaciones de la invención, H_k/H_{cj} de únicamente unas pocas realizaciones de la invención excede del 95 %, H_k/H_{cj} de la mayoría de las realizaciones es aproximadamente el 90 %, adicionalmente ninguna de las realizaciones superó el 98 %, únicamente en términos de H_k/H_{cj} , normalmente es difícil satisfacer los requisitos del cliente.

35 Para explicar esto en detalle, si la cuadratura (SQ) se deteriora, la resistencia térmica del imán también se deterioraría en consecuencia incluso cuando la coercitividad del imán es bastante alta.

40 La desimantación térmica de imán ocurre cuando el motor eléctrico rota en carga alta, en consecuencia el motor eléctrico no podría rotar gradualmente, adicionalmente dejar de trabajar. Por lo tanto, existen muchos informes relacionados con el desarrollo de un imán de alta coercitividad con "imán de componentes con bajo contenido en B", sin embargo, la cuadratura de todos los imanes anteriormente indicados no es satisfactoria, lo que puede no resolver el problema de la desimantación térmica en el experimento actual de resistencia térmica del motor eléctrico.

En conclusión, ningún precedente de un "imán de componentes con bajo contenido en B" se convierte en el producto realmente aceptado por el mercado.

45 Por otra parte, el producto de energía magnética máxima de imán de serie Sm-Co está aproximadamente por debajo de $310,3 \text{ kJ/m}^3$ (39 MGOe), por lo tanto el imán sinterizado de serie NdFeB con el producto de energía magnética máxima de $278,5\text{-}318,30 \text{ kJ/m}^3$ (35-40 MGOe) seleccionado como los imanes por el motor eléctrico o generador eléctrico ocuparía una gran cuota de mercado. Especialmente sobre la base de la reducción de la emisión de CO_2 y la crisis del agotamiento de petróleo, la búsqueda de características de alta eficiencia y de ahorro de potencia del motor eléctrico o generador eléctrico es cada vez más grave y el requisito para un producto de energía magnética máxima del imán para el motor eléctrico y generador eléctrico es cada vez mayor. A partir de los documentos DE 199 45 942 A1 y CN 101 256 859 A se conocen diversos ejemplos de aleaciones que incluyen elementos de tierras raras.

Sumario de la invención

El objetivo de la presente invención es superar la carencia de la técnica convencional, y desvela un imán de tierras raras con bajo contenido en B de acuerdo con la reivindicación 1. En la presente invención, se añaden

conjuntamente un 0,3~0,8 % atómico de Cu y una cantidad apropiada de Co al imán de tierras raras, de modo que se forman tres fases ricas en Cu en el límite de grano, y el efecto magnético de las tres fases ricas en Cu que existen el límite de grano y la solución del problema de B insuficiente en el límite de grano pueden mejorar obviamente la cuadratura y resistencia térmica del imán.

5 La presente invención desvela:

un imán de tierras raras con bajo contenido en B, el imán de tierras raras contiene una primera fase de $R_2T_{14}B$ y comprende los siguientes componentes de materias primas:

10 13,5 % atómico~14,5 % atómico de R,
5,2 % atómico~5,8 % atómico de B,
0,3 % atómico~0,8 % atómico de Cu,
0,3 % atómico~3 % atómico de Co, y
siendo el resto T e impurezas inevitables,

comprendiendo la R al menos un elemento de tierras raras que incluye Nd, y la T comprende Fe y X.

15 El % atómico de la presente invención es porcentaje atómico.

Los elementos de tierras raras de la presente invención incluyen el elemento itrio.

Siendo X al menos tres elementos seleccionados a partir de Al, Si, Ga, Sn, Ge, Ag, Au, Bi, Mn, Cr, P o S, y el contenido total de la X es 0 % atómico~1,0 % atómico.

20 Durante el procedimiento de fabricación, una pequeña cantidad de impurezas tal como O, C, N y otras impurezas se mezclan inevitablemente. Por lo tanto, el contenido de oxígeno del imán de tierras raras de la presente invención está por debajo del 1 % atómico, se prefiere por debajo del 0,6 % atómico, el contenido de C también se controla por debajo del 1 % atómico, se prefiere por debajo del 0,4 % atómico, y el contenido de N se controla por debajo del 0,5 % atómico.

25 En una realización preferida, el imán de tierras raras se fabrica mediante los siguientes procedimientos: un procedimiento de preparación de una aleación de tierras raras para imán con componentes de imán de tierras raras fundidos; procedimientos de producción de un polvo fino triturando bastante y triturando finamente la aleación de tierras raras para imán; y procedimientos de producción de un compacto mediante procedimiento de compactación por campo magnético, sinterización del compacto en vacío o gas inerte a una temperatura de 900 °C~1100 °C,
30 formación de una fase cristalina de alto contenido en Cu, una fase cristalina con contenido moderado en Cu y una fase cristalina con bajo contenido en Cu en un límite de grano.

Mediante las maneras anteriormente indicadas, la fase cristalina de alto contenido en Cu, la fase cristalina con contenido moderado en Cu y la fase cristalina con contenido bajo en Cu se forman en el límite de grano, de forma que la cuadratura excede del 95 % y se mejora la resistencia térmica del imán.

35 En una realización preferida, la composición molecular de la fase cristalina de alto contenido en Cu es la serie RT_2 , la composición molecular de la fase cristalina con contenido moderado en Cu es la serie $R_6T_{13}X$, la composición molecular de la fase cristalina con bajo contenido en Cu es la serie RT_5 , la cantidad total de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano.

40 Lo que necesita explicarse es que se necesita un entorno bajo en oxígeno para que los procedimientos de fabricación del imán obtengan el efecto afirmado en la presente invención. Como el procedimiento de fabricación bajo en oxígeno del imán es una técnica convencional, y la manera de fabricación baja en oxígeno se adopta para la realización 1 a realización 7 de la presente invención, ninguna descripción detallada relevante adicional en este punto.

45 En una realización preferida, el imán de tierras raras es un imán de la serie Nd-Fe-B con un producto de energía magnética máxima superior a 342,2 kJ/m³ (43MGOe).

En una realización preferida, la X comprende al menos tres elementos seleccionados a partir de Al, Si, Ga, Sn, Ge, Ag, Au, Bi, Mn, Cr, P o S, y el contenido total de X es preferentemente del 0,3 % atómico~1,0 % atómico.

En una realización preferida, el contenido de Dy, Ho, Gd o Tb está por debajo del 1 % atómico de la R.

50 En una realización preferida, la aleación para imán de tierras raras se obtiene tratando la aleación de materias primas fundida mediante procedimiento de colada de banda, y enfriándose a una tasa de enfriamiento superior a 10² °C/s e inferior a 10⁴ °C/s.

5 En una realización preferida, el procedimiento de triturado basto es un procedimiento de tratamiento de la aleación para imán de tierras raras mediante decrepitación de hidrógeno para obtener un polvo más basto, el procedimiento de triturado fino es un procedimiento de pulverización a chorro del polvo basto e incluyendo adicionalmente un procedimiento de eliminación de al menos una parte del polvo con un tamaño de partícula de menos de 1,0 μm después del procedimiento de triturado fino, de modo que el volumen del polvo con un tamaño de partícula de menos de 1,0 μm se reduce por debajo del 10 % del volumen de todo el polvo.

10 Se fabrica un imán de tierras raras con bajo contenido en B, de acuerdo con la reivindicación 6, mediante las siguientes etapas: un procedimiento de preparación de una aleación para imán de tierras raras fundiendo componentes de imán de tierras raras; procedimientos de producción de un polvo fino triturando bastamente y triturando finamente la aleación para imán de tierras raras; y procedimientos de obtención de un compacto mediante procedimiento de compactación por campo magnético, sinterización del compacto en vacío o gas inerte a una temperatura de 900 °C ~1100 °C, formación de una fase cristalina de alto contenido en Cu, una fase cristalina con contenido moderado en Cu y una fase cristalina con bajo contenido en Cu en un límite de grano, y realización de difusión de límite de grano de elementos de tierras raras pesados (RH) a una temperatura de 700 °C ~1050 °C.

15 En una realización preferida, el RH se selecciona a partir de Dy, Ho o Tb, la T comprende además X, siendo la X al menos tres elementos seleccionados a partir de Al, Si, Ga, Sn, Ge, Ag, Au, Bi, Mn, Cr, P o S, el contenido total de la X es 0 % atómico~1,0 % atómico; en las impurezas inevitables, el contenido de O se controla por debajo del 1 % atómico, el contenido de C se controla por debajo del 1 % atómico y el contenido de N se controla por debajo del 0,5 % atómico.

20 En una realización preferida, comprendiendo además una etapa de tratamiento de envejecimiento: tratando el imán después del tratamiento de difusión de límite de grano de RH a una temperatura de 400 °C ~650 °C.

En comparación con la técnica convencional, la presente invención tiene las siguientes ventajas:

25 1) La presente invención añade contenido apropiado de Co, en consecuencia la fase magnética blanda R_2Fe_{17} se transfiere a los compuestos intermetálicos tal como RCO_2 , RCO_3 y así sucesivamente. Sin embargo, ya se conoce que $\text{H}_{\text{c}j}$ y SQ disminuirían adicionalmente si el elemento Co se añade individualmente. Por lo tanto, la presente invención añade conjuntamente un 0,3 % atómico~0,8 % atómico de Cu, de modo que se forman tres fases ricas en Cu en el límite de grano, y el efecto magnético de las tres fases ricas en Cu que existen el límite de grano y la solución del problema de B insuficiente en el límite de grano pueden mejorar obviamente la cuadratura y resistencia térmica del imán. Además, se obtiene un imán de bajo contenido en B con un producto de energía magnética máxima de superación de 342,2 kJ/m^3 (43 MGOe), alta cuadratura y alta resistencia térmica.

30 2) Anteriormente, para el imán con el contenido de B menor del 6 % atómico, como se forma la fase $\alpha\text{-Fe}$ y se forma la fase magnética blanda R_2T_{17} en la superficie de la fase principal o en la fase de límite de grano cristalino, e informes recientes indican que la fase rica en R de dhcp con un contenido de oxígeno bajo entre las fases ricas en R pueden mejorar la coercitividad, y alguna fase rica en R de fcc con solución sólida de oxígeno es la razón para la disminución de la coercitividad, sin embargo, la fase rica en R se oxida muy fácilmente, el fenómeno de deterioro u oxidación ocurriría incluso durante el análisis de muestras. Por lo tanto su análisis es difícil y su condición específica no está aún clara. En contraste, el inventor de la presente invención conduce una investigación completa a base de las opiniones de ajuste ligero del componente básico, control de impurezas menores y el control de composición de límite de grano cristalino para el aumento de la cuadratura integral. Como resultado, la cuadratura de un "imán de composición con bajo contenido en B" se mejora únicamente controlando simultáneamente el contenido de R, B, Co y Cu.

35 3) En la composición de la presente invención, añadiendo cantidades menores de Cu, Co y otras impurezas, se reduce el punto de fusión de los compuestos intermetálicos con un alto punto de fusión tal como la fase RCO_2 (950 °C), RCu_2 (840 °C) etc., en consecuencia, todos los límites de grano cristalinos se funden a la temperatura de difusión de límite de grano, la eficiencia de la difusión de límite de grano es extraordinariamente excelente y se mejora la coercitividad hasta un grado sin precedentes, además, como la cuadratura supera el 96 %, se obtiene un imán de alta propiedad con una propiedad de resistencia térmica favorable.

Breve descripción de los dibujos

50 La Figura 1 ilustra un resultado de detección de EPMA de un imán sinterizado de la realización 1 de la realización I.

La Figura2 ilustra un resultado de detección de contenido de EPMA de un imán sinterizado de la realización 1 de la realización I.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

55 La presente invención se describirá adicionalmente con las realizaciones.

Realización I

Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, y Cu, Al y Si respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico % atómico.

- 5 El contenido de cada elemento se muestra en la Tabla 1:

TABLA 1 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Co	B	Cu	Al	Si	Fe
Muestra de comparación 1	13,0	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Muestra de comparación 2	13,2	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Realización 1	13,5	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Realización 2	13,8	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Realización 3	14,0	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Realización 4	14,2	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Realización 5	14,5	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Muestra de comparación 3	15,0	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto
Muestra de comparación 4	15,2	1,0	5,5	0,5	0,5	0,1	resto

Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia pesando respectivamente, de acuerdo con la TABLA 1.

- 10 Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada de un grupo en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10^{-2} Pa y por debajo de 1500 °C.

- 15 Procedimiento de colada: después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión hasta que la presión de Ar alcanza 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose mediante un único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10^2 °C/s~ 10^4 °C/s, tratamiento de preservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

- 20 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 120 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, bombear al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

- 25 Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,4 MPa y en la atmósfera de gas de oxidación por debajo de 100 ppm, a continuación obtener polvo fino con un tamaño de partícula medio de 4,5 µm. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

- 30 Tamizar el polvo fino parcial después del procedimiento de triturado fino (ocupa el 30 % del polvo fino total en peso), a continuación mezclar en polvo fino tamizado y el polvo fino no tamizado. La cantidad de polvo que tiene un tamaño de partícula más pequeño de 1,0 µm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

Se añade caprilato de metilo en el polvo después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,2 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

- 35 Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²), a continuación desmagnetar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

- 5 Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto en el horno de sinterización, primero sinterizando en un vacío de 10⁻³ Pa y a continuación manteniendo a 200 °C y a 900 °C respectivamente, a continuación sinterizar durante 2 horas a 1030 °C, después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión de Ar alcanza 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

- 10 Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con ϕ 15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

- 15 Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

El procedimiento de evaluación de desimantación térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

- 20 La propiedad magnética de los imanes fabricados por el cuerpo sinterizado para muestras de comparación 1~4 y realizaciones 1~5 se prueba directamente sin tratamiento de difusión de límite de grano. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 2.

TABLA 2 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br (10 ⁻¹ *T(kG)) ; H _{ci} (1000/4 π *kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4 π *kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{ci} (kOe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 1	14,92	10,4	85,6	52,1	62,5	88,0
Muestra de comparación 2	14,51	11,32	88,3	51,2	62,52	90,5
Realización 1	14,70	13,35	96,7	50,7	64,05	95,2
Realización 2	14,58	14,20	98,4	49,8	64,00	96,2
Realización 3	14,52	14,68	99,4	49,1	63,78	97,5
Realización 4	14,39	14,43	99,6	48,7	63,13	97,2
Realización 5	14,30	15,23	97,2	47,9	63,13	98,5
Muestra de comparación 3	14,21	13,28	93,4	47,3	60,58	94,7
Muestra de comparación 4	13,98	13,45	87,5	46,1	59,55	94,1

- 25 En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan por debajo del 0,3 % atómico, 0,4 % atómico y 0,1 % atómico, respectivamente.

- 30 En conclusión, en la presente invención, cuando el contenido de R es menor del 13,5 % atómico, SQ y H_{ci} disminuirán, esto es porque la reducción de la fase rica en R conduce a la existencia de fase de límite de grano sin fase rica en R. Al contrario, cuando el contenido de R excede del 14,5% atómico, SQ disminuirá, que se debe a la existencia de fase rica en R de exceso en el límite de grano, y SQ disminuirá similar a la técnica convencional.

Probar el componente de Cu del imán sinterizado de acuerdo con realización 1 con FE-EPMA (Microanalizador de sonda de emisión de campo de electrones), los resultados se muestran en la Figura 1.

El numeral 1 en la Figura1 representa fase cristalina de alto contenido en Cu, la fórmula molecular de la fase

crystalina de alto contenido en Cu es la serie RT₂, el numeral 2 representa fase cristalina con contenido moderado en Cu, la fórmula molecular de la fase cristalina con contenido moderado en Cu es la serie R₆T₁₃X, el numeral 3 representa fase cristalina con bajo contenido en Cu.

5 Calculado a partir de la Figura 2, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano.

De manera similar, las realizaciones de prueba 2-5 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

10 Lo que necesita explicarse es que BHH indicado mediante la presente realización es la suma de (BH)_{max} y H_{cj}, el concepto de BHH indicado mediante las realizaciones 2-7 es el mismo.

Realización II

Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd con 99,5 % de pureza, Fe con 99,9 % de pureza, Co con 99,9 % de pureza, y Cu, Al, Ga y Si respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico % atómico.

15 Los contenidos de cada elemento se muestran en la Tabla 3:

TABLA 3 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Co	B	Cu	Al	Ga	Si	Fe
Muestra de comparación 1	14	2	4,8	0,4	0,4	0,1	0,1	resto
Muestra de comparación 2	14	2	5	0,4	0,4	0,1	0,1	resto
Realización 1	14	2	5,2	0,4	0,5	0,1	0,1	resto
Realización 2	14	2	5,4	0,4	0,4	0,1	0,1	resto
Realización 3	14	2	5,6	0,4	0,4	0,1	0,1	resto
Realización 4	14	2	5,8	0,4	0,4	0,1	0,1	resto
Muestra de comparación 3	14	2	6	0,4	0,4	0,1	0,1	resto
Muestra de comparación 4	14	2	6,2	0,4	0,4	0,1	0,1	resto

Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia pesando respectivamente, de acuerdo con la TABLA 3.

20 Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada de un grupo en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10⁻² Pa y por debajo de 1500 °C.

25 Procedimiento de colada: después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión hasta que la presión de Ar alcanza 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose con único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10² °C/s~10⁴ °C/s, tratamiento de preservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

30 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 125 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

35 Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,41 MPa y en la atmósfera de gas de oxidación por debajo de 100 ppm, a continuación obtener polvo fino con un tamaño de partícula medio de 4,30 μm de polvo fino. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

Tamizar polvo fino parcial que se trata después del procedimiento de triturado fino (ocupa el 30 % del polvo fino total en peso), eliminar el polvo con un tamaño de partícula de más pequeño de 1,0 μm, a continuación mezclar en polvo

fino tamizado y el restante polvo fino sin tamizar. La cantidad del polvo que tiene un tamaño de partícula más pequeño de 1,0 µm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

5 Se añade caprilato de metilo en el polvo se trata después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,25 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de tipo de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²), a continuación desmantar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

10 El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

15 Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto al horno de sinterización, primero sinterizando en un vacío de 10⁻³ Pa y respectivamente mantenido durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 900 °C, respectivamente, a continuación sinterizar durante 2 horas a 1000 °C, después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión de Ar alcanza 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

20 Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con φ15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

25 El procedimiento de evaluación de desimantación térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

30 La propiedad magnética de los imanes fabricados por el cuerpo sinterizado para muestras de comparación 1~4 y realizaciones 1~5 se prueba directamente sin tratamiento de difusión de límite de grano. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 4.

TABLA 4 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br(10 ⁻¹ *T(kG)) ; H _{cj} (1000/4π*kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4π*kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{cj} (Koe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 1	14,71	11,87	82,4	50,64	62,51	85,5
Muestra de comparación 2	14,67	12,38	88,5	50,35	62,73	90,1
Realización 1	14,63	13,34	97,4	50,06	63,40	95,2
Realización 2	14,58	13,83	99,2	49,71	63,54	96,8
Realización 3	14,53	14,17	99,5	49,39	63,56	97,5
Realización 4	14,48	13,99	96,7	49,07	63,06	96,8
Muestra de comparación 3	13,43	14,79	96,2	43,74	58,53	98,6
Muestra de comparación 4	13,39	14,78	96,2	43,43	58,21	98,4

35 En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan por debajo del 0,4 % atómico, 0,3 % atómico y 0,2 % atómico, respectivamente.

5 En conclusión, cuando el contenido de B es menor del 5,2 % atómico, SQ disminuirá considerablemente, esto es porque la reducción del contenido de B conduce a disminución de SQ al igual que la técnica convencional. Al contrario, cuando el contenido de B excede del 5,8 % atómico, SQ disminuirá, la propiedad de sinterización disminuirá considerablemente, y la densidad sinterizada puede no ser suficiente, por lo tanto Br y $(BH)_{max}$ disminuirán y puede no obtenerse un imán con producto de alta energía magnética.

De manera similar, las realizaciones de prueba 1-4 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

Realización III

10 Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, y Cu con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico % atómico.

Los contenidos de cada elemento se muestran en la Tabla 5:

TABLA 5 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Co	B	Cu	Fe
Muestra de comparación 1	14,0	1,0	5,5	0,2	resto
Realización 1	14,0	1,0	5,5	0,3	resto
Realización 2	14,0	1,0	5,5	0,4	resto
Realización 3	14,0	1,0	5,5	0,6	resto
Realización 4	14,0	1,0	5,5	0,8	resto
Muestra de comparación 2	14,0	1,0	5,5	1	resto
Muestra de comparación 3	14,0	1,0	5,5	1,2	resto

15 Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia pesando respectivamente, de acuerdo con la TABLA 5.

Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada de un grupo en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10^{-2} Pa y por debajo de 1500 °C.

20 Procedimiento de colada: después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión hasta que la presión de Ar alcanza 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose con único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s, tratamiento de preservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

25 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 97 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

30 Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,42 MPa y en la atmósfera de menos de 100 ppm de gas de oxidación, a continuación obtener polvo fino con un tamaño de partícula medio de 4,51 μ m de polvo fino. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

35 Se añade caprilato de metilo en el polvo se trata después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,25 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²) a continuación desmagnetar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

- 5 Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto en el horno de sinterización, primero sinterizando en un vacío de 10⁻³ Pa y mantenido durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 900 °C, respectivamente. A continuación sinterizar durante 2 horas a 1020 °C, después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización de modo que la presión de Ar alcanza 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

- 10 Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con ϕ 15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

- 15 Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

El procedimiento de evaluación de desimantación térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

- 20 La propiedad magnética de los imanes fabricados por el cuerpo sinterizado para muestras de comparación 1~3 y realizaciones 1~4 se prueba directamente sin tratamiento de difusión de límite de grano. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 6.

TABLA 6 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br (10 ⁻¹ *T(kG)) ; H _{ci} (1000/4 π *kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4 π *kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{ci} (kOe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 1	14,58	13,01	86,3	49,74	62,75	92,5
Realización 1	14,56	13,68	98,1	49,60	63,28	95,3
Realización 2	14,54	14,24	99,2	49,64	63,88	97,1
Realización 3	14,50	14,67	99,7	49,18	63,85	97,6
Realización 4	14,46	14,99	99,2	48,90	63,89	97,8
Muestra de comparación 2	14,42	13,32	96,8	48,62	61,94	94,3
Muestra de comparación 3	14,37	13,34	91,2	48,35	61,69	94,5

- 25 En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan por debajo del 0,4 % atómico, 0,3 % atómico y 0,2 % atómico, respectivamente.

- 30 En conclusión, cuando el contenido de Cu es menor del 0,3 % atómico, SQ disminuirá considerablemente, esto es porque Cu tiene el efecto de mejora de SQ esencialmente. Al contrario, cuando el contenido de Cu excede del 0,8 % atómico, H_{ci} y SQ disminuirán, esto es porque el efecto de mejora para H_{ci} se satura como la adición excesiva de Cu, adicionalmente, otros factores negativos comienzan a afectar a la propiedad magnética, que empeora el fenómeno.

De manera similar, las realizaciones de prueba 1-4 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

- 35 Realización IV

Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, y Cu, Al, Si y Cr respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en

ES 2 706 798 T3

porcentaje atómico % atómico.

Los contenidos de cada elemento se muestran en la Tabla 7:

TABLA 7 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Co	B	Cu	Al	Si	Cr	Fe
Muestra de comparación 1	14,0	0,1	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Muestra de comparación 2	14,0	0,2	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Realización 1	14,0	0,3	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Realización 2	14,0	0,5	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Realización 3	14,0	1,0	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Realización 4	14,0	2,0	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Realización 5	14,0	3,0	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Muestra de comparación 3	14,0	4,0	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto
Muestra de comparación 4	14,0	6,0	5,6	0,6	0,3	0,1	0,1	resto

- 5 Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo pesando respectivamente, de acuerdo con la TABLA 7.

Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada de un grupo en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10^{-2} Pa y por debajo de 1500 °C.

- 10 Procedimiento de colada: después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión hasta que la presión de Ar alcanza 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose con único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s, tratamiento de preservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

- 15 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 122 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

- 20 Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,45 MPa y en la atmósfera de gas de oxidación por debajo de 100 ppm, a continuación obtener un tamaño de partícula medio de 4,29 μ m de polvo fino. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

- 25 Tamizar polvo fino parcial que se trata después del procedimiento de triturado fino (ocupa el 30 % del polvo fino total en peso), eliminar el polvo con un tamaño de partícula de más pequeño de 1,0 μ m, a continuación mezclar en polvo fino tamizado y el restante polvo fino sin tamizar. La cantidad de polvo que tiene un tamaño de partícula más pequeño de 1,0 μ m se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

Se añade caprilato de metilo en el polvo se trata después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,22 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

- 30 Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de tipo de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²), a continuación desmagnetar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

- 35 El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto al horno de sinterización, primero sinterizando en un

vacío de 10^{-3} Pa y mantenido durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 900 °C, a continuación sinterizar durante 2 horas a 1010 °C, respectivamente después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión de Ar alcanza 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

5 Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con φ 15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

10 Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

15 El procedimiento de evaluación de desimantación térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

La propiedad magnética de los imanes fabricados por el cuerpo sinterizado de acuerdo con muestras de comparación 1~4 y realizaciones 1~5 se prueba directamente sin tratamiento de difusión de límite de grano. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 8.

20 TABLA 8 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br (10^{-1} *T(kG)) ; H _{ci} (1000/4 π *kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4 π *kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{ci} (kOe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 1	14,21	13,82	82,1	42,24	61,06	94,0
Muestra de comparación 2	14,23	13,93	88,8	47,31	61,24	94,1
Realización 1	14,25	15,65	96,5	47,42	63,07	96,5
Realización 2	14,28	15,43	99,6	47,67	63,1	96,3
Realización 3	14,3	15,53	99,5	47,84	63,37	96,5
Realización 4	14,29	15,47	99,4	47,64	63,11	96,5
Realización 5	14,26	15,64	97,3	47,45	63,09	96,8
Muestra de comparación 3	14,24	13,83	88,3	47,32	61,15	94,0
Muestra de comparación 4	14,21	12,81	84,5	47,24	60,05	93,7

En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan por debajo del 0,6 % atómico, 0,3 % atómico y 0,3 % atómico, respectivamente.

25 En conclusión, cuando el contenido de Co es menor del 0,3 % atómico, H_{ci} y SQ disminuirían considerablemente, esto es porque el efecto de mejora de H_{ci} y SQ puede realizarse únicamente si la composición intermetálica de R-Co que existía en la fase de límite de grano alcanza una cierta cantidad mínima. Al contrario, cuando el contenido de Co excede del 3 % atómico, H_{ci} y SQ disminuirán considerablemente, esto es porque las otras fases con el efecto de reducción de coercitividad pueden formarse si la composición intermetálica de R-Co existía en la fase de límite de grano excede de una cantidad fija.

30 De manera similar, las realizaciones de prueba 1-5 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

ES 2 706 798 T3

Realización V

Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, y Cu, Al, Ga, Si, Mn, Sn, Ge, Ag, Au y Bi respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico % atómico.

- 5 Los contenidos de cada elemento se muestran en la Tabla 9:

TABLA 9 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Co	B	Cu	Al	Ga	Si	Mn	Sn	Ge	Ag	Au	Bi	Fe
Muestra de comparación 1	13,6	3,0	5,7	0,6	0,3	0	0,1							resto
Muestra de comparación 2	13,6	3,0	5,7	0,6	0,2	0	0,1							resto
Realización 1	13,6	3,0	5,7	0,6	0,2	0,1	0,1							resto
Realización 2	13,6	3,0	5,7	0,6	0,2	0	0,1	0,1	0,3					resto
Realización 3	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0,1	0,1	0,1		0,4				resto
Realización 4	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0	0,1				0,5			resto
Realización 5	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0	0,1					0,5		resto
Realización 6	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0	0,1						0,5	resto
Realización 7	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0	0,1		0,1					resto
Realización 8	13,6	3,0	5,7	0,6	0,2	0,1	0,2							resto
Muestra de comparación 3	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0,2	0,1		0,8					resto
Muestra de comparación 4	13,6	3,0	5,7	0,6	0,1	0,2	0,1		0,2				0,5	resto

Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo pesando respectivamente de acuerdo con la TABLA 9.

- 10 Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada de un grupo en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10^{-2} Pa y por debajo de 1500 °C.

- 15 Después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión hasta que la presión de Ar alcanzaría 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose mediante un único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10^2 °C/s~ 10^4 °C/s, tratamiento de preservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

- 20 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 109 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,41 MPa y en la atmósfera de menos de 100 ppm de gas de oxidación, a continuación obtener polvo fino con un tamaño de partícula medio de 4,58 μ m. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

- 25 Tamizar polvo fino parcial que se trata después del procedimiento de triturado fino (ocupa el 30 % del polvo fino total en peso), eliminar el polvo con un tamaño de partícula de más pequeño de 1,0 μ m, a continuación mezclar en polvo fino tamizado y el polvo fino no tamizado. La cantidad de polvo que tiene un tamaño de partícula más pequeño de 1,0 μ m se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

Se añade caprilato de metilo en el polvo se trata después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,22 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

5 Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²), a continuación desmagnetar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

10 El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto al horno de sinterización, primero sinterizando en un vacío de 10⁻³ Pa y mantenido durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 900 °C, respectivamente. A continuación sinterizar durante 2 horas a 1010 °C, después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión de Ar alcanzaría 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

15 Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con φ15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

20 Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

25 El procedimiento de evaluación de desmagnetación térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

30 La propiedad magnética de los imanes fabricados por el cuerpo sinterizado de acuerdo con muestras de comparación 1~4 y realizaciones 1~8 se prueba directamente sin tratamiento de difusión de límite de grano. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 10.

TABLA 10 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br(10 ⁻¹ *T(kG)) ; H _{cj} (1000/4π*kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4π*kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{cj} (kOe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 1	14,58	12,98	83,4	49,73	62,71	94,2
Muestra de comparación 2	14,56	12,78	86,7	49,26	62,04	94,3
Realización 1	14,58	13,56	99,3	49,86	63,42	97,3
Realización 2	14,65	13,45	99,4	50,42	63,87	97,0
Realización 3	14,66	14,39	99,5	50,73	65,12	97,6
Realización 4	14,63	14,54	99,3	50,53	65,07	97,8
Realización 5	14,65	14,51	99,5	50,84	65,35	97,8
Realización 6	14,62	14,52	99,5	50,73	65,25	98,0
Realización 7	14,63	14,43	99,6	50,61	65,04	97,7
Realización 8	14,54	14,36	99,4	49,56	63,92	97,6
Muestra de comparación 3	14,36	14,40	93,9	48,20	62,60	95,5

(continuación)

Br(10-1*T(kG)) ; H _{cj} (1000/4π*kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4π*kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{cj} (KOe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 4	14,27	14,23	94,2	47,60	61,83	95,6

5 En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan respectivamente por debajo del 0,2 % atómico, 0,2 % atómico y 0,1 % atómico.

10 En conclusión, el uso de más de 3 tipos de X es más preferible, esto es porque la existencia de cantidades menores de fase de impurezas tiene un efecto de mejora cuando la fase de mejora de coercitividad se forma en el límite de grano cristalino, mientras tanto, cuando el contenido de X es menor del 0,3 % atómico, la coercitividad y cuadratura pueden no mejorarse, sin embargo, cuando el contenido de X excede del 1,0 % atómico, el efecto de mejora para la coercitividad y cuadratura se satura, adicionalmente, se forman otras fases que tienen un efecto negativo para la cuadratura, en consecuencia, se produce descenso de SQ de forma similar.

15 De manera similar, las realizaciones de prueba 1-8 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

15 Realización VI

Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd, Pr, Dy, Gd, Ho y Tb con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, y Cu, Al, Ga, Si, Cr, Mn, Sn, Ge y Ag respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico % atómico.

20 Los contenidos de cada elemento se muestran en la Tabla 11:

TABLA 11 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Pr	Dy	Gd	Ho	Tb	Co	B	Cu	Al	Ga	Si	Cr	Mn	Sn	Ge	Ag	Fe	
Realización 1	14,4						1,5	5,4	0,7	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	resto
Realización 2	11,4	3,0					1,5	5,4	0,7	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	resto
Realización 3	13,4		1,0				1,5	5,4	0,7	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	resto
Realización 4	13,4			0,5			1,5	5,4	0,7	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	resto
Realización 5	13,4				0,8		1,5	5,4	0,7	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	resto
Realización 6	13,4					0,6	1,5	5,4	0,7	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	resto

ES 2 706 798 T3

Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia pesando respectivamente, de acuerdo con la TABLA 11.

5 Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada de un grupo en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10^{-2} Pa y por debajo de 1500 °C.

Procedimiento de colada: después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión hasta que la presión de Ar alcanzaría 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose con único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s, tratamiento de preservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

10 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 151 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

15 Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,43 MPa y en la atmósfera de menos de 100 ppm de gas de oxidación, a continuación obtener polvo fino con un tamaño de partícula medio de 4,26 μ m. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

20 Tamizar polvo fino parcial que se trata después del procedimiento de triturado fino (ocupa el 30 % del polvo fino total en peso), eliminar el polvo con un tamaño de partícula de más pequeño de 1,0 μ m, a continuación mezclar en polvo fino tamizado y el restante polvo fino sin tamizar. El polvo que tiene un tamaño de partícula más pequeño de 1,0 μ m se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

25 Se añade caprilato de metilo en el polvo se trata después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,23 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²), a continuación desmantar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

30 El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

35 Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto al horno de sinterización, primero sinterizando en un vacío de 10^{-3} Pa y mantenido durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 900 °C, respectivamente a continuación sinterizar durante 2 horas a 1020 °C, después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización de modo que la presión de Ar alcanzaría 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

40 Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con ϕ 15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

45 El procedimiento de evaluación de desmagnetación térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

50 La propiedad magnética de los imanes fabricados por el cuerpo sinterizado de acuerdo con realizaciones 1-6 se prueba directamente sin tratamiento de difusión de límite de grano. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 12.

TABLA 12 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br(10-1*T(kG)) ; H _{cj} (1000/4π*kA/m (kOe)) ; (10 ⁴ /4π*kJ/m ³ (MGOe))						
N.º	Br(KGs)	H _{cj} (kOe)	SQ(%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Realización 1	14,43	14,87	99,3	48,69	63,56	95,4
Realización 2	14,41	16,15	99,5	48,58	64,73	97,4
Realización 3	13,58	19,98	99,5	43,15	63,13	99,2
Realización 4	13,68	18,99	99,3	44,26	63,25	98,3
Realización 5	13,72	18,58	99,5	44,42	63,00	98,0
Realización 6	13,71	22,56	99,2	44,01	66,57	99,5

5 En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan por debajo del 0,5 % atómico, 0,3 % atómico y 0,2 % atómico, respectivamente.

En conclusión, cuando el contenido de Dy, Ho, Gd o Tb de la materia prima es menor del 1 % atómico, puede obtenerse un imán de alta propiedad con producto de máxima energía superior a 342,2 kJ/m³ (43MGOe).

10 De manera similar, las realizaciones de prueba 1-6 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

Realización VII

Procedimiento de preparación de materias primas: preparación de Nd con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, y Cu, Al y Si respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico % atómico.

15 Los contenidos de cada elemento se muestran en la Tabla 13:

TABLA 13 proporción de cada elemento

Composición	Nd	Co	B	Cu	Al	Si	Fe
Muestra de comparación 1	13,8	0,5	5,5	0,2	0,3	0,5	resto
Realización 1	13,8	0,5	5,5	0,3	0,3	0,5	resto
Realización 2	13,8	0,5	5,5	0,4	0,3	0,5	resto
Realización 3	13,8	0,5	5,5	0,6	0,3	0,5	resto
Realización 4	13,8	0,5	5,5	0,8	0,3	0,5	resto
Muestra de comparación 2	13,8	0,5	5,5	1	0,3	0,5	resto
Muestra de comparación 3	13,8	0,5	5,5	1,2	0,3	0,5	resto

Preparar 100 Kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia pesando, respectivamente de acuerdo con la TABLA 13.

20 Procedimiento de fusión: colocar la materia prima preparada en un crisol fabricado de óxido de aluminio a la vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fundición de inducción al vacío de frecuencia intermedia en vacío de 10⁻² Pa y por debajo de 1500 °C.

25 Procedimiento de colada: después del procedimiento de fusión al vacío, rellenar gas de Ar en el horno de fusión de modo que la presión de Ar alcanzaría 50000 Pa, a continuación obtener una aleación de temple colándose con único procedimiento de temple de rodillo a una velocidad de temple de 10² °C/s~10⁴ °C/s, tratamiento de preservación

ES 2 706 798 T3

térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

5 Procedimiento de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío el horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación de temple, a continuación rellenar hidrógeno con 99,5 % de pureza en el horno hasta que la presión alcanza 0,1 MPa, después de que la aleación se sitúa durante 139 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, a continuación se enfría, y se extrae el polvo tratado después del procedimiento de decrepitación de hidrógeno.

10 Procedimiento de triturado fino: realizar pulverización a chorro al polvo después de la decrepitación de hidrógeno en la sala de triturado bajo una presión de 0,42 MPa y en la atmósfera de gas de oxidación por debajo de 100 ppm, a continuación obtener polvo fino con un tamaño de partícula medio de 4,32 μm de polvo fino. El gas de oxidación se refiere a oxígeno o agua.

Tamizar polvo fino parcial que se trata después del procedimiento de triturado fino (ocupa el 30 % del polvo fino total en peso), eliminar el polvo con un tamaño de partícula de más pequeño de 1,0 μm , a continuación mezclar en polvo fino tamizado y el restante polvo fino sin tamizar. El polvo que tiene un tamaño de partícula más pequeño de 1,0 μm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

15 Se añade caprilato de metilo en el polvo se trata después de la pulverización a chorro, la cantidad aditiva es del 0,22 % del polvo mezclado en peso, adicionalmente la mezcla se mezcla completamente mediante un mezclador de tipo V.

20 Procedimiento de compactación en un campo magnético: se usa una moldeadora de campo magnético de orientación vertical, compactando el polvo añadido con caprilato de metilo de una sola vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y bajo una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 ton/cm²), a continuación desmantalar el cubo formado de una vez en un campo magnético de 0,2 T.

El compacto formado de una vez se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta por segunda vez mediante una máquina de compactación secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,3 MPa (1,4 ton/cm²).

25 Procedimiento de sinterización: mover cada uno del compacto al horno de sinterización, primero sinterizando en un vacío de 10⁻³ Pa y mantenido durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 900 °C, respectivamente a continuación sinterizar durante 2 horas a 1020 °C, después de eso rellenar gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión de Ar alcanzaría 0,1 MPa, enfriándose a continuación a temperatura ambiente.

30 Procedimiento de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante una hora a 620 °C en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, enfriándose a continuación a temperatura ambiente y extrayéndose.

Procedimiento de mecanización: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con ϕ 15 mm de diámetro y 5 mm de grosor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

35 Limpiar el imán fabricado por el cuerpo sinterizado de las muestras de comparación 1-3 y realizaciones 1-3, recubrir polvo de DyF₃ con un grosor de 5 μm en la superficie del imán en un horno de tratamiento térmico al vacío después de la limpieza de la superficie, tratar el imán recubierto después de secado al vacío en atmósfera de Ar a 850 °C durante 24 horas, finalmente realizar tratamiento de difusión de límite de grano de Dy. Ajustar la cantidad de átomo de metal Dy evaporado suministrado a la superficie del imán sinterizado, de modo que el átomo de metal fijado se difunde en el límite de grano del imán sinterizado antes de formarse como una película fina con el material de evaporación de metal en la superficie del imán sinterizado.

Tratamiento de envejecimiento: tratamiento de envejecimiento del imán con tratamiento de difusión de Dy en vacío a 500 °C durante 2 horas, probar la propiedad magnética del imán después de la rectificación de la superficie.

45 Procedimiento de evaluación de propiedad magnética: probar el imán sinterizado con tratamiento de difusión de Dy mediante el sistema de pruebas no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierras raras de gran BH del Instituto Nacional de Metrología.

El procedimiento de evaluación de desmagnetización térmica: primero probar el flujo magnético del imán sinterizado con tratamiento de difusión de Dy, calentar el imán sinterizado en el aire a 100 °C durante 1 hora, segundo probar el flujo magnético después de enfriarse; en el que el imán sinterizado con una tasa de retención de flujo magnético de más del 95 % se determina como un producto cualificado.

50 Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones y las muestras de comparación se muestran en la Tabla 14.

TABLA 14 evaluación de propiedad magnética de las realizaciones y las muestras de comparación

Br(10^{-1} *T(kG)) ; H _{cj} (1000/4π*kA/m (kOe)) ; (10^4 /4π*kJ/m ³ (MGOe))							
N.º	Br (KGs)	H _{cj} (KOe)	SQ (%)	(BH) _{max} (MGOe)	BHH	Adición de coercitividad después de difusión (KOe)	Tasa de retención del flujo magnético (%)
Muestra de comparación 1	14,53	18,96	78,5	49,43	68,39	5,95	96,4
Realización 1	14,50	23,94	99,1	49,3	73,24	10,26	99,4
Realización 2	14,51	24,31	99,4	49,37	73,68	10,07	99,0
Realización 3	14,47	24,95	99,5	48,92	73,87	10,28	99,3
Realización 4	14,41	24,99	99,3	48,69	73,68	10,00	99,5
Muestra de comparación 2	14,39	19,86	94,9	48,32	68,18	6,54	97,8
Muestra de comparación 3	14,31	19,54	87,3	47,93	67,47	6,20	97,5

5 En el procedimiento de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de O, C y N, y los contenidos de los tres elementos O, C, y N se controlan por debajo del 0,4 % atómico, 0,3 % atómico y 0,2 % atómico, respectivamente.

En conclusión, comparar el imán con difusión de límite de grano con el imán sin difusión de límite de grano, la coercitividad se aumenta con más de 795,8 kA/m (10kOe), y el imán con difusión de límite de grano tiene una coercitividad muy alta y una cuadratura favorable.

10 En la composición de la presente invención, reducir el punto de fusión de la fase de compuesto intermetálico que comprende una fase de RCo₂ de punto de fusión alto (950 °C) añadiendo cantidades menores de Cu, Co y otras impurezas, como resultado, todos los límites de grano cristalino se funden en la temperatura de difusión de límite de grano, la eficiencia de la difusión de límite de grano es extraordinariamente excelente, y se mejora la coercitividad hasta un grado sin precedentes, además, como la cuadratura supera el 99 %, puede obtenerse un imán de alta propiedad con una propiedad de resistencia térmica favorable.

15 De manera similar, las realizaciones de prueba 1~4 con FE-EPMA, el contenido de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano mediante cálculo.

Aplicabilidad industrial

20 En la presente invención, añadiendo conjuntamente un 0,3~0,8 % atómico de Cu y una cantidad apropiada de Co en el imán de tierras raras, se forman tres fases ricas en Cu en el límite de grano, y el efecto magnético de las tres fases ricas en Cu que existen el límite de grano y la solución del problema de insuficiente B en el límite de grano pueden mejorar obviamente la cuadratura y resistencia térmica del imán.

REIVINDICACIONES

1. Un imán de tierras raras con bajo contenido en B, el imán de tierras raras contiene una fase principal de $R_2T_{14}B$ y comprende los siguientes componentes de materias primas:

- 5 13,5 % atómico ~ 14,5 % atómico de R,
 5,2 % atómico ~ 5,8 % atómico de B,
 0,3 % atómico ~ 0,8 % atómico de Cu,
 0,3 % atómico ~ 3 % atómico de Co, y
 siendo el resto T e impurezas inevitables,

10 siendo la R al menos un elemento de tierras raras que comprende Nd, la T comprende Fe y X, siendo la X al menos tres elementos seleccionados a partir de Al, Si, Ga, Sn, Ge, Ag, Au, Bi, Mn, Cr, P o S, el contenido total de la X es 0 % atómico ~ 1,0 % atómico; en las impurezas inevitables, el contenido de O se controla por debajo del 1 % atómico, el contenido de C se controla por debajo del 1 % atómico y el contenido de N se controla por debajo del 0,5 % atómico.

15 2. El imán de tierras raras con bajo contenido en B de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el imán de tierras raras se fabrica mediante los siguientes procedimientos: un procedimiento de preparación de una aleación para imán de tierras raras con componentes de imán de tierras raras fundidos; procedimientos de producción de un polvo fino triturando bastamente y triturando finamente la aleación para imán de tierras raras; y procedimientos de obtención de un compacto mediante procedimiento de compactación por campo magnético, sinterización del compacto en vacío o gas inerte a una temperatura de 900 °C ~ 1100 °C, y formación de una fase cristalina de alto contenido en Cu, una fase cristalina con contenido moderado en Cu y una fase cristalina con bajo contenido en Cu en un límite de grano.

20 3. El imán de tierras raras con bajo contenido en B de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la composición molecular de la fase cristalina de alto contenido en Cu es la serie RT_2 , la composición molecular de la fase cristalina con contenido moderado en Cu es la serie $R_6T_{13}X$, la composición molecular de la fase cristalina con bajo contenido en Cu es la serie RT_5 , la cantidad total de la fase cristalina de alto contenido en Cu y la fase cristalina con contenido moderado en Cu es superior al 65 % en volumen de la composición de límite de grano.

25 4. El imán de tierras raras con bajo contenido en B de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el imán de tierras raras es un imán de la serie Nd-Fe-B con un producto de energía magnética máxima superior a 342,2 kJ/m³ (43MGOe).

30 5. El imán de tierras raras con bajo contenido en B de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el contenido de Dy, Ho, Gd o Tb está por debajo del 1 % atómico de la R.

35 6. Un procedimiento de fabricación de un imán de tierras raras con bajo contenido en B de acuerdo con la reivindicación 1; fabricándose el imán mediante los siguientes procedimientos: un procedimiento de preparación de una aleación para imán de tierras raras con componentes de imán de tierras raras fundidos; procedimientos de producción de un polvo fino triturando bastamente y triturando finamente la aleación para imán de tierras raras; y procedimientos de obtención de un compacto mediante procedimiento de compactación por campo magnético, sinterización del compacto en vacío o gas inerte a una temperatura de 900 °C ~ 1100 °C, formación de una fase cristalina de alto contenido en Cu, una fase cristalina con contenido moderado en Cu y una fase cristalina con bajo contenido en Cu en un límite de grano, y realización de difusión de límite de grano de RH a una temperatura de 700 °C ~ 1050 °C.

40 7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, comprendiendo además una etapa de tratamiento de envejecimiento: tratando el imán después del tratamiento de difusión de límite de grano de RH a una temperatura de 400 °C ~ 650 °C.

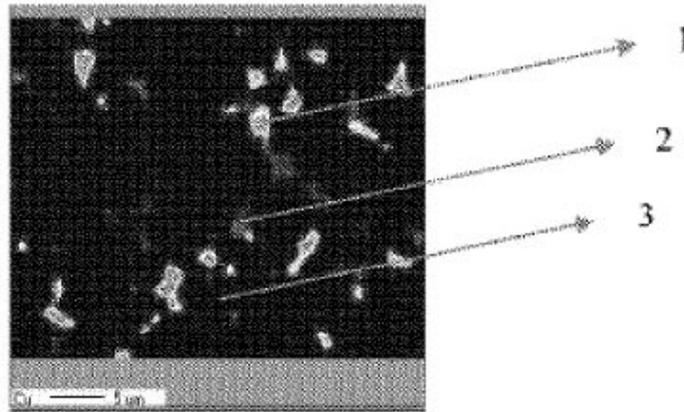


FIG. 1

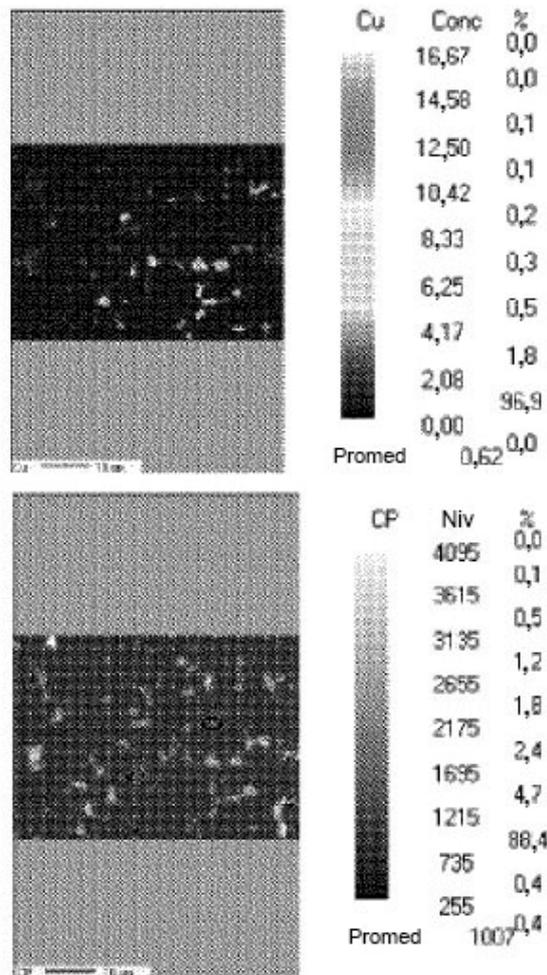


FIG. 2