

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 715 725**

51 Int. Cl.:

**H01F 1/057** (2006.01)

**H01F 41/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.04.2014 PCT/EP2014/057088**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.01.2015 WO15003824**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.04.2014 E 14715642 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.12.2018 EP 3020053**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un imán permanente**

30 Prioridad:

**10.07.2013 DE 102013213494**

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

**05.06.2019**

73 Titular/es:

**VOLKSWAGEN AKTIENGESELLSCHAFT  
(100.0%)  
Berliner Ring 2  
38440 Wolfsburg , DE**

72 Inventor/es:

**ZLATKOV, BRANISLAV**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 715 725 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 la producción de un imán permanente

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de un imán permanente, preferentemente nanoestructurado.

- 5 La demanda de imanes permanentes eficaces, que se emplean, a modo de ejemplo, en máquinas eléctricas, aumenta constantemente. En motores eléctricos para la tracción de vehículos se emplean en especial imanes permanentes, que adquieren interés en el curso de una electromovilidad creciente. Como aleaciones magnéticas, o bien magnetizables, con fuerzas coercitivas elevadas, se emplean principalmente aleaciones del grupo de tierras raras de tipo SE-TM-B o SE-TM, siendo SE un elemento de las tierras raras, TM un metal de transición del grupo de hierro (Fe, Co, Ni) y B. En la elaboración de imanes a partir de estos materiales, en principio se desean tamaños de grano lo menores posible en imanes acabados, es decir, en la dimensión de dominios magnéticos ( $< 1 \mu\text{m}$ ), de modo que el imán compacto se compone de cristalitas monodominio.

- 15 Procedimientos de producción típicos comprenden las etapas de proceso pulverización del material de partida magnético, prensado del polvo para dar una pieza verde con o sin campo magnético externo bajo formación de una estructura deseada, sinterización de la pieza verde para el compactado ulterior (tratamiento a alta temperatura), opcionalmente temperado (tratamiento térmico o a baja temperatura) para el alivio de tensiones y para la estabilización estructural en el cuerpo magnético, reprocesamiento mecánico (corte, pulido) y magnetización en un campo magnético. En parte también se combinan diversas etapas de proceso entre sí, y asimismo se varía el orden. A modo de ejemplo es conocido el procedimiento de prensado en caliente, en el que el prensado se efectúa bajo una temperatura que conduce a un compactado mecánico del material magnético y, por consiguiente, no se requiere un proceso de sinterización separado. Además, el prensado se efectúa frecuentemente en un campo magnético externo, produciéndose imanes anisotrópicos magnéticamente, de modo que se puede suprimir la magnetización subsiguiente. En el prensado en caliente no se emplea un campo magnético durante el prensado. Las piezas se magnetizan más bien tras el prensado.

- 25 En los procesos de sinterización que se emplean en el estado de la técnica, el material magnético pulverizado se expone a temperaturas elevadas, apenas por debajo de la temperatura de fusión del material magnético. En las citadas aleaciones del grupo de tierras raras se aplica típicamente una temperatura de sinterización entre 1.000 y 1.150 °C durante un tiempo de sinterización de 1-3 h (en el caso de aplicación de presión simultánea correspondientemente a menores temperaturas). En este caso se produce una compactación y una unión mecánica de las partículas. Además tiene lugar una fusión parcial de las superficies de partículas, de modo que éstas también se unen de manera cohesiva entre sí en sus límites de grano (sinterización en la fase líquida). El fenómeno acompañante de sinterización no deseado es el crecimiento cristalino, que conduce a tamaños de grano en el orden de magnitud de 3 a 10  $\mu\text{m}$  incluso en el caso de empleo de polvos muy finamente divididos con tamaños de partícula en el intervalo deseado de  $< 1 \mu\text{m}$ . No obstante, estos tamaños de grano reducen el rendimiento magnético del imán.

- 35 Otro problema de los citados materiales magnéticos consiste en que las aleaciones son muy piróforas, en especial en forma de polvo, es decir, se inflaman fácilmente en presencia de oxígeno y humedad. Esto requiere medidas de protección especiales durante la producción, a modo de ejemplo la elaboración bajo gases de protección inertes, así como un subsiguiente revestimiento o empaquetadura del imán. Además es problemática la tendencia a la corrosión de las aleaciones magnéticas, que conduce igualmente a una disminución del rendimiento magnético.

- 40 Para aumentar la resistencia térmica del imán, en el estado de la técnica es conocido un paso de procedimiento ulterior como "Grain Boundary Diffusion Process" (GBDP). En este caso, mediante difusión se introduce otra sustancia en el imán, es decir, disprosio, terbio o cobre. Esta sustancia se concentra entre los límites de cristal y aumenta la resistencia estructural del retículo cristalino de los granos y, por consiguiente, la resistencia térmica. En GBDP es desfavorable que el paso de procedimiento sea costoso y prolongado. Además, el proceso de difusión está limitado a un grosor de material en el intervalo por debajo de 5 mm, y se produce un gradiente de concentración problemático. Por lo tanto, una aplicación a imanes sensiblemente más gruesos puede tener por consecuencia una intensidad de campo magnético no homogénea del imán. Además, los imanes magnéticos se deben proteger ante corrosión. A tal efecto se pueden emplear revestimientos de níquel, resina epoxi, entre otros.

- 50 El documento EP 1 744 328 B1 describe un procedimiento de producción para un imán, produciéndose un polvo de un material magnético de tipo SE-Fe-B e impregnándose éste primeramente con un polvo de óxido del grupo de tierras raras y después con un polvo de vidrio a partir de una disolución de alcohol polivinílico, de modo que se obtienen partículas magnéticas revestidas. Estas partículas se moldean para dar piezas verde tras su secado, en primer lugar a una presión elevada (49 MPa) en el campo magnético, y éstas se compactan en caliente o se forjan

5 en caliente para dar imanes en un procedimiento de prensado en caliente (294 MPa, 730 °C). Resulta una estructura en la que las partículas magnéticas están alojadas en una matriz que presenta una fase vítrea y partículas de óxido del grupo de tierras raras distribuidas en la misma. En las interfases entre las partículas magnéticas y la fase vítrea se forma una capa que está constituida por una fase de aleación del material magnético y del elemento del grupo de  
 10 tierras raras y partículas de óxido del grupo de tierras raras distribuidas en el mismo. Además se da a conocer una variante del procedimiento descrito anteriormente, en el que el polvo del material magnético se reviste primeramente con un óxido del grupo de tierras raras en un proceso de pulverización. A continuación se efectúa de nuevo la impregnación en húmedo con el polvo de óxido del grupo de tierras raras y el polvo de vidrio, descrita anteriormente, y el subsiguiente secado, moldeado y prensado en caliente. En este caso se produce una estructura que se diferencia de la anterior por una capa adicional, que está dispuesta entre la capa de aleación y las partículas magnéticas y está constituida por el óxido del grupo de tierras raras.

El documento JP 01272101 A da a conocer el tratamiento de la superficie de un polvo de un material magnético de tipo SE-TM-B con un silicato alcalino, por ejemplo el denominado vidrio soluble ( $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ ), silicato potásico o silicato de litio.

15 Según el documento JP 03295204 A se pulveriza una aleación del grupo de tierras raras y se mezcla el polvo con una disolución acuosa de vidrio soluble ( $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ ). Las partículas de polvo revestidas con vidrio soluble se secan, se moldean y se prensan en caliente para dar imanes compactos.

20 Por el documento EP 0 255 816 A2 es conocido un procedimiento de producción para imanes a base de una aleación de SE-Fe-B, en el que el material de partida se moltura en primer lugar y se elabora para dar un polvo. El polvo se somete entonces a un tratamiento térmico a 300 hasta 1000°C, y a continuación se reviste con una capa anticorrosiva cerámica o metálica, efectuándose el paso metálico por vía electrolítica. Las partículas revestidas producidas de este modo se prensan con o sin un campo magnético para dar un imán, pudiéndose añadir aditivos de un polvo metálico, cerámico o sintético al polvo a pensar para la mejora de la resistencia.

25 Según el documento US 2011/0037548 A1 se pulveriza un material magnético (por ejemplo Nd-Fe-B) en un procedimiento de molturación en húmedo bajo obtención de tamaños de partícula  $< 3 \mu\text{m}$ , y se elabora el mismo con un compuesto orgánico de un metal de punto de fusión elevado o un precursor de una cerámica de punto de fusión elevado, para dar una suspensión, revistiéndose las partículas magnéticas con el compuesto metálico orgánico, o bien el precursor cerámico. Como metal de punto de fusión elevado se cita Ta, Mo, W y Nb, y como cerámica BN y AlN. Tras adición de un agente aglutinante polimérico termo- o duroplástico se vierte la suspensión en un molde deseado, y se sinteriza a temperaturas entre 1100 y 1150°C. En este caso, el compuesto metálico orgánico, o bien el precursor cerámico, forma una capa que rodea las partículas magnéticas, que impedirá el crecimiento cristalino durante la sinterización. El procedimiento dado a conocer en el documento US 2011/0267160 A1 se diferencia del anterior método esencialmente en que, en lugar de un agente aglutinante, se emplea el compuesto metálico orgánico, o bien el precursor cerámico, en forma disuelta en un aceite inhibidor de corrosión, mineral o sintético.

35 El documento EP 0 452 580 B1 (DE 690 33 178 T2) describe un procedimiento para la producción de imanes cilíndricos unidos a través de polímero. A tal efecto se produce la mezcla a partir de un 90 % en masa de un polvo metálico, un granulado polimérico termoplástico y un aditivo engrasante de estearato o cera. La mezcla se carga en una extrusora calentada y se funde, y se extrusiona a través de una tobera, que se alimenta con un campo magnético, para dar cuerpos cilíndricos, que se cortan tras solidificación.

40 El documento US 5,464,576 A describe un procedimiento para la producción de un imán permanente que comprende la producción de una mezcla de fragmentos de un material magnético hilado por fusión ( $\text{Nd}_{13}\text{Fe}_{68}\text{Co}_{18}\text{B}_6$ ), así como de una composición de alcóxido metálica. Los alcóxidos metálicos se transforman en los correspondientes óxidos metálicos  $\text{SiO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Li}_2\text{O-TiO}_2\text{-MgO}$  en el transcurso de un procedimiento sol-gel, la mezcla se moldea en piezas verde en forma de valle, y la pieza verde se trata térmicamente y se sinteriza mediante  
 45 alimentación con corriente continua.

El documento DE 10 2009 046 426 A1 describe igualmente un procedimiento para la producción de un imán permanente unido por medio de un procedimiento sol-gel. En este caso, en primer lugar se produce una mezcla (sol) de un material magnético, así como un compuesto precursor para óxido de silicio o un compuesto precursor de al menos un óxido ulterior, y la mezcla se moldea mediante colada y endurecimiento para dar una pieza verde.

50 El documento US 5,435,859 A describe un procedimiento para la producción de un imán permanente, en el que se produce en primer lugar un polvo de un material magnético, y se mezcla con una composición aglutinante, que contiene estearato de cinc y polvo de vidrio de PbLi. Esta mezcla se moldea, por ejemplo, mediante colada en un molde y prensado, a continuación se somete a tratamiento térmico y finalmente se sinteriza.

El documento US 2008/117008 A1 describe un procedimiento para la producción de un imán permanente, produciéndose y moldeándose en primer lugar un polvo de un material magnético (sin aglutinante). Acto seguido se impregna la pieza moldeada conformada con una disolución de un compuesto precursor de un agente aglutinante oxidico. La pieza moldeada tratada de este modo se somete a un tratamiento térmico a 150°C hasta 700°C. Se emplean precursores para óxidos metálicos, que comprende, a modo de ejemplo, óxidos de Al, Ca, Cu, Ge, Mg o Si. Como precursores se emplean preferentemente alcoxisilanos o alcoxisiloxanos.

La presente invención toma como base la tarea de poner a disposición un procedimiento para la producción de un imán permanente estructurado finamente, por medio del cual se pueden producir imanes de manera sencilla y económica, que son estables a temperatura y corrosión y poseen un elevado rendimiento magnético. La tarea consiste además en la puesta a disposición de un imán estable a temperatura y corrosión mejorado.

Estas tareas se solucionan mediante un procedimiento de producción para la producción de un imán permanente, un imán permanente obtenible correspondientemente con el procedimiento, así como una máquina eléctrica que comprende éste, con las características de las reivindicaciones independiente.

El procedimiento según la invención para la producción de un imán permanente comprende los pasos:

- (a) producción de una mezcla (materia prima) que comprende
  - un polvo de un material magnético, así como
  - una composición aglutinante, que comprende al menos un compuesto precursor para óxido de silicio, y al menos un compuesto precursor de al menos un óxido ulterior,
- (b) mado de la mezcla para dar una pieza verde mediante inyección de polvo (PIM para Powder Injection Molding);
- (c) tratamiento térmico de la pieza verde para la transformación al menos de partes de la composición aglutinante en los óxidos, y
- (d) sinterización de la pieza verde a continuación o simultáneamente con el paso (c) bajo formación de una matriz de cerámica vítrea, cerámica o vitrocerámica a partir de los óxidos, que alojan las partículas de material magnético.

Mediante el procedimiento según la invención se obtiene un imán que presenta los núcleos del material magnético, que están alojados en una matriz de vidrio, cerámica o material vitrocerámico. Esta matriz está constituida por la composición aglutinante, en especial por el óxido de silicio, y al menos un óxido ulterior. En este caso, en el paso (c) se descompone térmicamente la composición aglutinante en primer lugar, transformándose al menos partes de la composición aglutinante en los correspondientes óxidos (óxido de silicio, así como el/los óxido/s ulterior/es). Como resultado del paso (c), estos óxidos se presentan aún como compuestos de bajo peso molecular en forma de un polvo (el denominado "hollín blanco"), y representan un precursor para la estructura de matriz generada. A continuación se sinterizan los óxidos en el paso (d) para dar el material de matriz (dia- o paramagnético), es decir, éstos forman una estructura compacta continua, que es típicamente transparente en el caso de vidrio.

A través de la matriz se impide un crecimiento cristalino no deseado mediante crecimiento conjunto de partículas magnéticas adyacentes, en especial durante la sinterización. En resultado, el diámetro de los núcleos magnéticos del imán acabado corresponde esencialmente al diámetro de las partículas de polvo empleadas, que se sitúa, a modo de ejemplo, en  $\leq 3 \mu\text{m}$ , preferentemente en  $\leq 1 \mu\text{m}$ , en especial en 200 a 400 nm. Por consiguiente, según la invención se obtiene un imán que está compuesto esencialmente por partículas monodominio o cristalitas monodominio y, por consiguiente, presenta una fuerza de campo coercitivo más elevada y una estabilidad a temperatura mejorada. Los tamaños de partícula reducidos conducen simultáneamente a una empaquetadura cristalina más densa y, por consiguiente, a una resistencia mecánica más elevada (dureza).

Además, mediante la humectación de las partículas magnéticas con la composición aglutinante se aumenta la estabilidad a la corrosión del material magnético. La humectación de las partículas magnéticas conduce a su vez a una pasivación de las superficies de partículas. De este modo se supera el peligro de una autoinflamación en contacto con aire del material magnético muy piróforo, que se da especialmente en el manejo del polvo. Además, el efecto aislante dieléctrico de la matriz para- o diamagnética, en combinación con el tamaño de partícula reducido, conduce a una reducción de las corrientes turbulentas producidas en el imán sinterizado. Esto conduce a su vez a una intensidad de campo magnético elevada, así como a una evitación del calentamiento no deseado del imán.

El procedimiento se distingue además por una elevada flexibilidad respecto a los materiales a emplear, tanto del material magnético como también del material de matriz. Además, el procedimiento es realizable de manera más rápida y económica que el procedimiento GBDP descrito inicialmente.

En este caso, en el ámbito de la presente invención, bajo la denominación "compuesto precursor para óxido de silicio" se entiende un compuesto que forma óxido de silicio bajo las condiciones del tratamiento térmico (paso (c)), o está constituido por óxido de silicio. Un compuesto precursor para el óxido de silicio especialmente apropiado en el ámbito de la presente invención comprende siloxanos, en especial polidialquilsiloxano de la fórmula general R-[O-Si(R)<sub>2</sub>]-R, donde R significa un resto alquilo, en especial un resto C1- a C3-alquilo, preferentemente metilo. En el ámbito de las presentes invenciones, también se pueden emplear mezclas de diferentes siloxanos, en especial también polidialquilsiloxanos de diferentes longitudes de cadena, o bien masas molares. En este caso se puede emplear, a modo de ejemplo, un polidialquilsiloxano de cadena relativamente larga como componente principal, y un siloxano de cadena más corta y, por consiguiente, de menor viscosidad, a modo de ejemplo aceite de silicona, para el ajuste de las propiedades reológicas de la composición aglutinante. Como otros compuestos precursores para óxido de silicio en el ámbito de la presente invención se deben citar silicatos, en especial silicatos orgánicos, como tetraalquilortosilicatos Si(OR<sup>1</sup>)<sub>4</sub>, donden R<sup>1</sup> significa un resto alquilo, en especial un resto C1- a C3-alquilo, preferentemente etilo. Tanto siloxanos, como también los citados silicatos, se transforman en óxido de silicio a temperaturas elevadas, bajo eliminación de dióxido de carbono. Ventajosamente se emplean mezclas de al menos un siloxano y al menos un silicato como compuestos precursores para óxido de silicio.

La composición aglutinante comprende además al menos un compuesto precursor de un óxido ulterior, diferente a óxido de silicio. En este caso, en el presente documento, bajo el concepto "compuesto precursor de un óxido" se entiende un compuesto que forma tal óxido bajo las condiciones de tratamiento térmico en el paso (c), o que está constituido por tal óxido. El óxido ulterior, al menos uno, presenta la composición M<sub>x</sub>O<sub>y</sub>, donde O significa oxígeno y M un elemento catiónico. M se selecciona preferentemente a partir del grupo Al, B, P, Ge, Li, Na, K, Sr, Mg, Ca, Ba, Ti, Zr, Cu, Pb, Zn, Be, Dy, Pr, Nd y Tb. Los índices x e y son números enteros ≥ 1, y resultan del grado de oxidación de M. En los correspondientes vidrios, cerámicas, o bien materiales vitrocerámicos, los óxidos presentan la función de un agente fundente. Como compuesto precursor del óxido ulterior se emplea preferentemente un compuesto orgánico del elemento M, en especial un compuesto de alcóxido M(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub> o un compuesto alquílico M(R<sup>2</sup>)<sub>z</sub>, donde R<sup>2</sup> significa un resto alquilo, en especial un resto C1- a C5-alquilo, y z significa un número entero ≥ 1, y resulta correspondientemente del grado de oxidación de M.

La composición cuantitativa y química de la composición aglutinante determina la composición de la matriz vítrea, cerámica, o bien vitrocerámica formada más tarde en el procedimiento. Esto se debe considerar una ventaja especial del procedimiento. Mediante la formación *in situ* de la matriz que rodea las partículas magnéticas, ésta se puede seleccionar de manera extremadamente flexible.

Además de los componentes citados anteriormente, la composición aglutinante puede comprender otros aditivos. Aditivos apropiados comprenden, por ejemplo, agentes humectantes, que facilitan la humectación de las partículas magnéticas con la composición aglutinante, y componentes que mejoran las propiedades reológicas y la elaborabilidad de la composición aglutinante, o bien de la mezcla de composiciones aglutinantes y partículas magnéticas. En el caso de los aditivos se trata preferentemente de compuestos orgánicos, que se descomponen sin residuo en los pasos de proceso subsiguientes, de modo que ya no están esencialmente presentes en el producto.

El material magnético es especialmente un metal ferromagnético, preferentemente una aleación metálica ferromagnética. En el ámbito de la presente invención, por un "material magnético", un "material de imán", un "material magnético permanente o magnético estable" se entiende además un material ferromagnético o ferrimagnético, que genera un campo magnético y atrae o repele otros cuerpos ferro- o ferrimagnéticos tras su magnetización (según orientación de los polos magnéticos). Tal material se emplea en el procedimiento como material en polvo, y forma los núcleos magnéticos en el imán acabado tras la cadena de proceso. En el presente documento se emplean preferentemente aleaciones de tipo SE-TM-B o SE-TM, siendo SE un elemento de las tierras raras, TM un metal de transición del grupo de hierro (hierro Fe, cobalto Co, níquel Ni) y B significa boro. Un representante típico del primer tipo son aleaciones de Nd-Fe-B, mientras que las aleaciones de Sm y Co representan un ejemplo del segundo tipo. Tales aleaciones se distinguen por intensidades de campo coercitivo especialmente elevadas.

El polvo del material magnético empleado en el paso (a) presenta preferentemente un diámetro de partícula como máximo de 3 µm, preferentemente como máximo 1 µm. El diámetro de partícula se sitúa preferentemente en el intervalo de 0,1 a 0,6 µm (100 a 600 nm), y de modo especialmente preferente en el intervalo de 0,2 a 0,4 µm (200 a 400 nm). Los tamaños de partícula en este intervalo corresponden esencialmente al tamaño de dominios magnéticos, de modo que los citados diámetros van acompañados de una intensidad de campo magnético especialmente elevada. Los diámetros de partícula empleados se mantienen esencialmente en el procedimiento según la invención y, por consiguiente, se presentan también en el imán acabado en forma de las denominadas partículas monodominio.

Según la invención, el moldeo en el paso (b) se efectúa mediante el procedimiento de inyección de polvo (PIM para Powder Injection Molding). La producción de la mezcla (en el presente documento denominada también materia prima) constituida por el polvo magnético y la composición aglutinante, se efectúa directamente en una extrusora (en especial una extrusora de doble husillo) de la máquina de moldeo por inyección. En este caso se genera una mezcla homogénea, a modo de ejemplo en un husillo de la máquina de moldeo por inyección, que puede disponer de una instalación de temperado apropiada. A través de una tobera de la máquina de moldeo por inyección se inyecta la materia prima en una herramienta de moldeo, en la que se solidifica y, por consiguiente, se moldea la misma. Tras la solidificación, el componente denominado pieza verde (o también pieza no sinterizada) se desmoldea de la herramienta. El moldeo por inyección es especialmente apropiado para geometrías de componente complejas que, a modo de ejemplo, presentan muescas, que son muy fáciles de obtener de este modo.

El moldeo de la mezcla para dar una pieza verde se efectúa preferentemente bajo alimentación con un campo magnético externo. De este modo se determina una orientación cristalográfica de los dominios magnéticos del polvo de material magnético en la pieza verde, orientándose los cristales en la mezcla aún no solidificada correspondientemente al sentido del campo magnético, y "congelándose" los mismos en esta orientación (magnetización previa). En resultado se obtiene una elevada intensidad de campo coercitivo del imán. En el caso de solidificación mediante moldeo por inyección, el campo magnético externo se puede generar aproximadamente en la zona de toberas de la máquina de moldeo por inyección, a modo de ejemplo por medio de una bobina electromagnética (véase, por ejemplo, el documento DE 690 33 178 T2). Además, la herramienta de moldeo de la máquina de moldeo por inyección se puede alimentar con un campo magnético. En el caso de solidificación mediante prensado se alimenta preferentemente la herramienta de prensado con el campo magnético.

De manera alternativa o adicional a la magnetización previa del componente durante su moldeo y su solidificación para dar una pieza verde, el procedimiento comprende un paso de magnetización adicional, que se lleva a cabo a continuación de la sinterización en el paso (d), y que comprende la magnetización del material magnético en un campo magnético externo. En este caso, los dipolos magnéticos de los dominios se orientan correspondientemente a la orientación del campo magnético.

El tratamiento térmico para la descomposición de la composición aglutinante y la liberación de diferentes óxidos se lleva a cabo preferentemente a una temperatura en el intervalo de 200 a 300°C. La energía se alimenta en especial mediante calentamiento térmico o mediante alimentación con un campo alterno magnético, que conduce a un calentamiento inductivo del material magnético. El tratamiento se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera neutra, a modo de ejemplo en una atmósfera de argón, nitrógeno o helio.

El paso de sinterización (d) del procedimiento sirve para el transporte de óxidos en forma de polvo, que se liberaron de la composición aglutinante, a la matriz de vidrio, cerámica o material vitrocerámico.

En una realización preferente de la invención, el tratamiento térmico para la sinterización de la pieza verde se efectúa a una temperatura que es menor que la temperatura apropiada para la sinterización del material magnético. En otras palabras, el paso de sinterización (d) del procedimiento se lleva a cabo bajo condiciones en las que no se efectúa una sinterización del material magnético, pero sí una sinterización de la composición aglutinante, o bien sus productos sucesivos, para la formación del vidrio, de la cerámica o del material vitrocerámico. En el paso (d), la sinterización se lleva a cabo en especial a una temperatura que corresponde como máximo a una temperatura de transformación o fusión (según éste sea un material amorfo o cristalino) del material de matriz. Por consiguiente, la sinterización en el paso (d) se efectúa exclusivamente bajo fusión del material de matriz, y no bajo sinterización del material magnético de los núcleos magnéticos. El procedimiento total se lleva a cabo preferentemente bajo condiciones en las que no se efectúa una sinterización de las partículas magnéticas. Esto significa que en ningún paso del procedimiento se aplican condiciones (en especial temperatura y presión) que conducen a la sinterización del material magnético. En este caso, en principio se debe considerar que las temperaturas de transformación y fusión de los materiales son dependientes de la presión y, por consiguiente, la temperatura de sinterización se debe seleccionar bajo consideración de la presión. Por consiguiente, si en un paso de procedimiento se aplica simultáneamente una presión elevada y una temperatura elevada, la temperatura de proceso se debe seleccionar diferente a la de la sinterización sin presión. Mediante el control de proceso, bajo evitación de la sinterización del material magnético, en especial en el paso de sinterización (d), se impide un crecimiento cristalino de las partículas magnéticas no deseado. Por lo tanto, en resultado, el diámetro de los núcleos magnéticos del imán acabado corresponde esencialmente al diámetro de las partículas de polvo empleadas.

Es obvio que la temperatura concreta, seleccionada en el paso (d), depende de la composición aglutinante, o bien del material de matriz resultante de la misma, en especial de su temperatura de transición vítrea (transformación), o bien fusión. A modo de ejemplo, la temperatura de transformación de muchos vidrios, que representan ejemplos de materiales matriz preferentes en el ámbito de la presente invención (véase más abajo), se sitúa en el intervalo hasta 900°C. En este caso, un intervalo de temperaturas preferente para la sinterización asciende a 400 hasta 800°C, en

especial 550 a 650°C, si se trabaja bajo presión normal. La temperatura de sinterización se sitúa especialmente al menos 50°C, preferentemente al menos 100°C por debajo de la temperatura de transformación, o bien fusión, del material de revestimiento. Si la sinterización se realiza bajo presión, a modo de ejemplo simultáneamente con el paso (c) de prensado, se aplican temperaturas correspondientemente menores.

- 5 El imán permanente obtenible con el procedimiento comprende núcleos de material magnético y una matriz de un vidrio, una cerámica o un material vitrocerámico, en la que están alojados los núcleos.

En este caso, los núcleos resultan del polvo de material magnético empleado y se corresponden con éstos químicamente y en su tamaño. Correspondientemente al polvo empleado, los núcleos presentan preferentemente un diámetro de partícula medio como máximo de 3 µm, en especial como máximo de 1 µm, y de modo especialmente preferente en el intervalo de 0,2-0,4 µm.

Por el contrario, el material de matriz resulta de la composición aglutinante sinterizada y es un vidrio, una cerámica, o un material vitrocerámico, o una combinación de los mismos. El material de matriz, que envuelve y aloja los núcleos magnéticos, es un material para- o diamagnético, es decir, no es magnético coloquialmente. Además de su para- o diamagnetismo, vidrios, materiales vitrocerámicos y cerámicas se distinguen por una protección frente a corrosión especialmente elevada, así como por una protección ante la inflamación.

Se entiende por vidrios sustancias amorfas que se presentan estructuralmente como un entramado irregular (retículo) (en contrapartida a sustancias cristalinas que se presentan una estructura reticular ordenada). Los vidrios se basan químicamente en SiO<sub>2</sub> y otros óxidos metálicos, en especial Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, MgO, CaO, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, PbO, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y otros. En el presente documento, los vidrios preferentes comprenden cuarzo, vidrio con plomo, vidrio cálcico-sódico, vidrio flotante, vidrio de borosilicato. En la mayor parte de composiciones vítreas se presentan mezclas de diversos óxidos con proporciones de SiO<sub>2</sub> variables. Los diversos óxidos no se presentan en forma de moléculas de bajo peso molecular separadas en el vidrio, sino como retículos extendidos. De este modo, el óxido de silicio se presenta como silicato en forma de tetraedros de SiO<sub>4</sub> encadenados entre sí. Los materiales vitrocerámicos presentan en principio composiciones químicas iguales o similares a las de los vidrios. Éstos se diferencian de los vidrios en que, además de fases vítreas, también están presentes fases policristalinas. Los materiales cerámicos comprenden materiales de silicato minerales, es decir, al igual que los vidrios o materiales vitrocerámicos, materiales basados en SiO<sub>2</sub>, o bien SiO<sub>4</sub>, como caolines o minerales arcillosos, cerámicas oxídicas, que se basan en óxido de aluminio, óxido de berilio u otros, materiales no oxídicos, así como carburos y nitruros, como carburo de silicio PC, carburo de boro BC o nitruro de boro BN. Respecto a la composición química existen solapamientos de los materiales cerámicos respecto a los vidrios o materiales vitrocerámicos.

El material de matriz se selecciona preferentemente de modo que presente una temperatura de transformación T<sub>g</sub>, o bien temperatura de fusión T<sub>m</sub>, menor que el material magnético, para que no se produzca una sinterización del último en el caso de su sinterización. La temperatura de transformación T<sub>g</sub>, o bien la temperatura de fusión T<sub>m</sub>, se sitúa preferentemente al menos 100 K, en especial al menos 200 K por debajo de la temperatura de fusión del material magnético. La temperatura de transformación T<sub>g</sub> o la temperatura de fusión T<sub>m</sub>, se puede determinar, a modo de ejemplo, por medio de procedimientos calorimétricos (Differentialscanningkalorimetrie DCS).

Los imanes permanentes se pueden aplicar donde se emplean también imanes convencionales. Esto se refiere en especial a máquinas eléctricas, a modo de ejemplo motores eléctricos, especialmente aquellos para el motor único o combinado de vehículos (BEV, o bien HEV) o para motores de dirección. Además, los imanes también se pueden emplear ventajosamente en sectores médicos, a modo de ejemplo en tomógrafos de resonancia magnética o similares.

El imán permanente producido con el procedimiento según la invención, en especial una pluralidad de los mismos, se emplea preferentemente en una máquina eléctrica. En una realización especial, la máquina eléctrica está configurada como motor eléctrico, en el que los imanes permanentes son típicamente una parte del rotor, a modo de ejemplo están alojadas en un paquete de chapas del rotor, o están fijadas en su superficie.

A continuación se explica más detalladamente la invención en ejemplos de realización por medio de figuras. Muestran:

- la Figura 1 un diagrama de flujo de un procedimiento del estado de la técnica para la producción de un imán permanente;
- 50 la Figura 2 un diagrama de flujo del procedimiento según la invención para la producción de un imán permanente según una configuración ventajosa;

- la Figura 3 el diseño estructural de diversos productos intermedios de pasos de procedimiento individuales, así como del producto final del procedimiento según la invención;
- la Figura 4 paso de proceso de moldeo para dar una pieza verde por medio de inyección de polvo;
- 5 la Figura 5 herramienta de prensado con instalación de calefacción para el moldeo mecánico para dar una pieza verde en un campo magnético;
- la Figura 6 paso de proceso del tratamiento térmico de la pieza verde en un horno, y
- la Figura 7 paso de proceso de sinterización del imán en el horno.

10 La Figura 1 (columna central) muestra un procedimiento ejemplar para la producción de imanes permanentes conocido en el estado de la técnica. En el lado izquierdo se representan gráficamente los pasos de proceso individuales, mientras que en el lado izquierdo se representan los resultados estructurales de los pasos de proceso individuales de manera muy esquematizada.

15 En primer lugar se funde un material ferromagnético (a continuación material magnético), a modo de ejemplo en un horno de inducción de vacío, se cuela y se solidifica mediante enfriamiento. En este caso se obtienen estructuras cristalinas de aleaciones isotrópicas. Tras el endurecimiento se rompen mecánicamente los objetos, a modo de ejemplo en forma de barra, y a continuación se molturan, a modo de ejemplo, en un molino de inyección bajo atmósfera de nitrógeno. El polvo producido de este modo está constituido por partículas aisladas, cuyos diámetros se sitúan en el orden de magnitud de 3-5  $\mu\text{m}$ . El polvo se puede orientar opcionalmente en un campo magnético externo, de modo que éste se presenta en forma anisotrópica magnéticamente. El polvo se prensa a continuación en una herramienta con una prensa mecánica para dar un comprimido (también llamado pieza verde o pieza no sinterizada), produciéndose una estructura más o menos compacta según la fuerza de prensado. El prensado se puede llevar a cabo por vía isotáctica, ejerciéndose la fuerza de prensado uniformemente sobre la pieza verde a partir de todas las direcciones espaciales, o anisotáctica, actuando la fuerza de prensado generalmente por vía mecánica a partir de una o a partir de dos direcciones del espacio opuestas. En el caso de una magnetización efectuada previamente, el prensado se lleva a cabo por vía isotáctica. Además, el prensado se puede efectuar sin un campo magnético externo, de modo que se produce un comprimido isotrópico, en el que no está presente una orientación de cristal magnética. No obstante, con bastante frecuencia el prensado se efectúa en un campo magnético axial o transversal, de lo que resultan comprimidos anisotrópicos, en los que está presente una orientación de cristal orientada a lo largo del eje de magnetización. En el siguiente paso se sinteriza el comprimido. El especialista entiende por sinterización un procedimiento en el que se calientan sustancias finamente granuladas, 20 cerámicas o granuladas, a temperaturas menores/iguales a sus temperaturas de fusión bajo diferentes atmósferas. Mediante el proceso de sinterización, las partículas de polvo forman enlaces mecánicos, parcialmente también uniones cohesivas. A modo de ejemplo, en el caso de aleaciones de tipo Nd-Fe-Bor, por ejemplo  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , se aplican temperaturas en el intervalo de 1000 a 1150°C. Mediante el crecimiento conjunto de cristalitas individuales de la estructura se producen granos con un diámetro en el orden de magnitud de 3 a 10  $\mu\text{m}$ . Tras la sinterización se presenta un cuerpo isotrópico, ya que se sobrepasó la temperatura de Curie. Opcionalmente puede seguir un proceso de temperado, en el que se expone un imán a un tratamiento térmico ulterior, aunque bajo una temperatura menor que la temperatura de sinterización (tratamiento a baja temperatura). El objetivo del temperado es, por ejemplo, el alivio de tensiones residuales en la estructura cristalina. A continuación se puede efectuar una mecanización y/o un tratamiento superficial conformante, para conceder a los imanes una forma y dimensión 25 deseada. En especial se emplean técnicas por arranque de viruta, como pulido, corte, fresado u otras. Además, tras la elaboración se puede llevar a cabo un proceso denominado "Grain Boundary Diffusion Process" (GBDP) para aumentar la intensidad de campo coercitivo y la estabilidad a temperatura del imán. Con este fin se introduce una sustancia ulterior en los imanes, a modo de ejemplo disprosio Dy, terbio Tb o cobre Cu. Los inconvenientes de este paso se citaron ya inicialmente. Además es habitual la aplicación de revestimientos superficiales, a modo de ejemplo de una resina epoxi o de una capa metálica constituida por cobre, níquel, aluminio u otros. Mediante nueva introducción en un campo magnético externo se magnetizan los dominios magnéticos. El procedimiento según la invención se explica de manera ejemplar por medio de las siguientes Figuras 2 a 7 en una forma de realización preferente. En este caso, la Figura 2 muestra un diagrama de flujo del procedimiento, la Figura 3 muestra el diseño estructural de los productos intermedios de diversos pasos de proceso del procedimiento de manera muy esquematizada, y las Figuras 4 a 7 muestran particularidades de los pasos de proceso individuales. 30 35 40 45 50

Los primeros pasos S1 a S3 según la Figura 2, con los que se puede poner a disposición un polvo de un material magnético, por ejemplo de una aleación de la composición  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , pueden corresponder esencialmente a los pasos ya explicados en relación con la Figura 1. La molturación en el paso S3 se efectúa en especial con técnicas de molturación convencionales, como molturación en húmedo, molturación por chorro, hilatura por fusión o fragilización de hidrógeno HDDR. 55



En el ámbito del procedimiento según la invención se pone a disposición un polvo que, tras el paso S3, presenta un tamaño de partícula medio de  $\leq 3 \mu\text{m}$ , en especial  $\leq 1 \mu\text{m}$ , idealmente 200 a 400 nm, y se presenta, por consiguiente, en forma de partículas monodominio.

5 El polvo 10 generado en el paso S3 a partir de la Figura 2 está constituido por partículas 11 de material magnético según la Figura 3a. Las orientaciones magnéticas de los dominios (véase flecha en las partículas 11) están distribuidas estadísticamente en el espacio, es decir, el material presenta isotropía magnética. El diámetro de partícula medio D es especialmente menor o igual a  $1 \mu\text{m}$ , idealmente 0,2 a  $0,4 \mu\text{m}$ .

En un paso de procedimiento paralelo S4 según la Figura 2 se efectúa la producción de una composición aglutinante. Una composición aglutinante ejemplar comprende los siguientes componentes:

- 10 1) polidimetilsiloxano (PDMS) como precursor para óxido de silicio,
- 2) aceite de silicona (viscosidad, por ejemplo, 50 mPa) para el ajuste de las propiedades reológicas, en especial de la viscosidad de la composición, y como precursor para óxido de silicio,
- 3) ortosilicato de tetraetilo (TEOS) como precursor para óxido de silicio,
- 15 4) alcóxidos de diversos elementos, a modo de ejemplo  $\text{B(OR)}_3$ ,  $\text{Na(OR)}$ ,  $\text{Al(OR)}_3$ ,  $\text{K(OR)}$ , siendo R un resto alquilo, en especial metilo o etilo, como precursor para los correspondientes óxidos de estos elementos.

A la composición se pueden añadir además aditivos para la humectación de las partículas magnéticas, u otros.

Los citados componentes se pesan y se mezclan o se amasan en amasadoras, mezcladoras, extrusoras de doble husillo comerciales, o similares.

20 Mediante las proporciones de componentes precursores para óxido de silicio (componentes 1-3) y de diferentes alcóxidos (componente 4) se determina la composición de la matriz a generar en el procedimiento posterior. A modo de ejemplo, las correspondientes fracciones de componentes se seleccionan de modo que se genera borosilicato, que está constituido por aproximadamente un 80 % en masa de  $\text{SiO}_2$ , aproximadamente un 13 % en masa de  $\text{B}_2\text{O}_3$ , aproximadamente un 4 % en masa de  $\text{Na}_2\text{O}$ , aproximadamente un 2 % en masa de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y aproximadamente un 0,5 % en masa de  $\text{K}_2\text{O}$ .

25 Debido a sus buenas propiedades térmicas, el vidrio de borosilicato representa una configuración preferente.

La Tabla 1 muestra ejemplos de dos composiciones aglutinantes que son apropiadas para la producción de una matriz.

Tabla 1:

	Receta 1	Receta 2
Polidimetilsiloxano (PDMS)	108 g	55 g
Aceite de silicona	1,5 g	1,5 g
Ortosilicato de tetraetilo (TEOS)	-	140 g
Metóxido sódico**	7 g	7 g
Trimetilaluminio	1,4 g	1,4 g
Borato de triisopropilo**	75 g	75 g
Suma	192,9 g	279,9 g
**Alcóxido		

30 En un paso subsiguiente S6, el polvo 10 del material magnético del paso S3 se elabora mediante mezclado con la composición aglutinante del paso S4 para dar una mezcla (materia prima). Además de la variante representada, en

la que se prepara en primer lugar la composición aglutinante, y a continuación se mezcla con el polvo magnético, la producción de la materia prima se puede efectuar también mezclándose los componentes de la composición aglutinante directamente con el material magnético.

5 La proporción de polvo magnético respecto a la composición aglutinante depende del procedimiento de conformación subsiguiente. En tanto el moldeo se efectúe mediante inyección de polvo, la proporción de la composición de aglutinante en la mezcla asciende, a modo de ejemplo, a un 1 hasta un 20 % en masa, preferentemente un 6 a un 10 % en masa. Si el moldeo se efectúa mediante prensado, se selecciona una proporción más reducida de composición aglutinante, en especial una proporción de  $\leq 5$  % en masa, preferentemente  $\leq 2$  % en masa. La producción de la mezcla de partículas magnéticas y composición aglutinante se efectúa mediante  
10 mezclado directo en amasadoras, mezcladoras o extrusoras de doble husillo comerciales, trabajándose preferentemente en una atmósfera de gas de protección, a modo de ejemplo en argón o nitrógeno, para evitar la autoinflamación del polvo magnético.

La Figura 3b) muestra de manera bastante esquematizada la mezcla homogénea (materia prima) 13 obtenida en el paso S5, que comprende el polvo 10 de partículas magnéticas 11, así como la composición aglutinante 14.

15 En el subsiguiente paso S6 (véase la Figura 2) se efectúa el moldeo de la materia prima 13 para dar una pieza verde mediante inyección de polvo PIM.

La Figura 4 muestra esquemáticamente la generación de la pieza verde mediante inyección de polvo. A tal efecto se emplea una máquina de inyección 30, que presenta un cilindro de inyección 31, que está equipado con un husillo 32 y una instalación de temperado 33, así como una herramienta de moldeo 34. En el caso de inyección de polvo, la materia prima se alimenta a través de un embudo del cilindro de inyección 31. El husillo giratorio introduce el material en el cilindro temperado, efectuándose una homogeneización y compactación de la masa fundida de materia prima. A través de una tobera de la extrusora 31 se inyecta la mezcla 13, dosificada previamente de este modo, en una cavidad de la herramienta de moldeo 34. En ésta se compacta la mezcla 13 y se solidifica para dar una pieza verde 15. Tras la solidificación se abre la herramienta de moldeo 34, y se desmoldea la pieza verde 15  
20 obtenida de este modo. La pieza verde 15 presenta anisotropía magnética en esta realización.

En otra realización preferente, la herramienta de moldeo 34 y/o la tobera del cilindro de inyección 31 se alimentan con un campo magnético externo. De este modo se obtiene una orientación de los cristales (dominios magnéticos) de las partículas de polvo de material magnético a lo largo del campo magnético (magnetización primaria). El producto es anisotrópico en este caso. La herramienta de moldeo 34 está equipada preferentemente de una sonda ultrasónica no representada en este caso. Mediante el tratamiento ultrasónico de la mezcla 13 se efectúa una activación mecánica del polvo, mediante lo cual se obtiene una densidad de empaquetadura más elevada de las partículas de polvo de material magnético.  
30

Alternativamente, el moldeo (compactación) en el paso S6 se efectúa mediante prensado de la mezcla 13. Este proceso se representa en la Figura 5, donde se denomina 50 una herramienta de prensado, incluyendo una instalación de temperado no representada, que absorbe el polvo revestido 13. La herramienta de prensado 50 presenta dos matrices de prensado 51 móviles verticalmente, que incluyen la mezcla 13 en dos lados opuestos y actúan sobre la misma y, por consiguiente, la cargan con una presión  $p$  (presión anisostática). La herramienta de prensado 50 presenta además una bobina 52, que genera un campo magnético  $H$  orientado axialmente, de modo que la mezcla 13 se carga con el campo magnético  $H$  y se orienta cristalográficamente durante el prensado. El prensado (anisostático) mecánico en el campo axial representado en este caso corresponde a una realización preferente del procedimiento. No obstante, es igualmente posible llevar a cabo los pasos de prensado y de orientación magnética en pasos separados, es decir, en primer lugar orientar, prensar isostáticamente, después sinterizar, y a continuación magnetizar la mezcla en un campo magnético externo.  
40

El resultado de moldeo en el paso S6 en el campo magnético se representa en la Figura 3c. El producto de solidificación/compactación es una pieza verde 15, que se denomina también pieza no sinterizada o cuerpo verde. En la pieza verde 15, las partículas 11 de material magnético se presentan compactadas y más o menos ordenadas. Además, debido a la magnetización durante el moldeo en el procedimiento de inyección de polvo o prensado, éstas presentan una orientación común de sus dipolos magnéticos, de modo que la propia pieza verde 15 genera un campo magnético externo. Cabe señalar que durante el prensado dominan condiciones bajo las que no se efectúa una modificación química de la composición aglutinante 14 o del material magnético 12. A continuación de la producción de la pieza verde 15 en el paso S6, en el paso S7 se efectúa un tratamiento térmico de la pieza verde 15 para la descomposición de la composición aglutinante 14 (desaglomeración). Esto se muestra en la Figura 6. En este caso, la pieza verde 15 se introduce en un horno 60. En este caso, el calentamiento de la pieza verde 15 se efectúa a una temperatura que es apropiada para descomponer la composición aglutinante 14, de modo que se liberan los componentes individuales  $\text{SiO}_2$  y los demás óxidos, a modo de ejemplo  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{K}_2\text{O}$ . La  
55

temperatura a aplicar en este caso depende de la composición concreta de la composición aglutinante 14 y asciende, a modo de ejemplo a 200 hasta 350°C. El paso S6 corresponde a la primera transformación de la composición aglutinante bajo liberación de óxidos. En un paso S8 subsiguiente se efectúa la sinterización de la pieza verde 15, lo que se representa en la Figura 7. En este caso, la temperatura en el horno 60 se aumenta a una temperatura de sinterización, a modo de ejemplo, de 450 a 800°C, a la que los óxidos generados a partir de la composición 14 se funden y se transforman en la fase vítrea (vitrificación) y se sinterizan. No obstante, la temperatura de sinterización seleccionada se sitúa preferentemente por debajo de una temperatura a la que el material magnético se sinteriza. Con otras palabras, la temperatura de la sinterización mostrada en la Figura 7 se sitúa en una temperatura que se encuentra en el intervalo de transformación del material de matriz (en este caso del vidrio). Como atmósfera de sinterización, así como a modo de atmósfera para el tratamiento térmico efectuado previamente, entran en consideración vacío, vacío con una presión parcial de N<sub>2</sub> o Ar predeterminada, una atmósfera de nitrógeno, argón o helio o una atmósfera oxidativa, por ejemplo aire u otras. Los pasos de tratamiento térmico y de sinterización representados en las Figuras 6 y 7, como se ha expuesto anteriormente, se pueden llevar a cabo de manera sucesiva ajustándose la temperatura del horno 60 en primer lugar a la temperatura de descomposición de la composición aglutinante 14, y seguidamente a la temperatura de sinterización. En una realización alternativa, la temperatura del horno 60 también se puede ajustar directamente a la temperatura de sinterización, de modo que ambos pasos se reúnen para dar un único paso de procedimiento en el proceso.

La Figura 3d muestra el resultado de sinterización. El imán permanente 20 producido presenta en lo sucesivo una matriz continua 21 de material de matriz, que está constituida por el vidrio formado y es típica, pero no necesariamente transparente en el presente ejemplo. En esta matriz 21, las partículas 11 de material magnético 12 alojadas se presentan en una empaquetadura cristalina más o menos ordenada. Ya que durante el procedimiento total se impidió una sinterización de partículas 11 de material magnético mediante selección correspondiente de los parámetros de proceso presión y temperatura, los diámetros de partícula de las partículas magnéticas 11 corresponden además esencialmente al diámetro de partícula medio D original del polvo 10, es decir, en especial ascienden como máximo a 1 µm, preferentemente se sitúan en el intervalo de 200 a 400 nm. La distancia media de partículas 11 dentro de la matriz 21 se determina mediante la proporción de la composición aglutinante 14 en la mezcla 13 de composición aglutinante 14 y polvo magnético 10. La distancia se sitúa preferentemente en el intervalo de 1 a ≤ 30 nm, en especial en el intervalo de 1 a ≤ 20 nm.

A continuación de la sinterización se efectúa opcionalmente el temperado del imán (paso S9 en la Figura 2). En este caso, el imán 20 se expone a un tratamiento a baja temperatura en el mismo o en otro horno 60, como en la Figura 6 o 7, para aliviar tensiones mecánicas en el imán 20. En este caso se ajusta una temperatura que es menor o igual a la temperatura de sinterización aplicada en el paso S8. Mediante el temperado se reducen tensiones residuales en el material y se relaja la estructura cristalina del imán. La temperatura de temperado depende de la composición del material de matriz y asciende, a modo de ejemplo, a 250 hasta 550°C.

A continuación del temperado se puede efectuar opcionalmente un procesado mecánico del imán 20 (paso S10 en la Figura 2), para conceder a éste una forma deseada. No obstante, la forma deseada se genera preferentemente ya durante la solidificación en el paso S6. Además, el imán 20 se puede someter aún a cualquier tratamiento de superficie y/o proceso de revestimiento. No obstante, debido a la matriz, también se puede prescindir de un revestimiento para la protección frente a corrosión.

En tanto la orientación de cristal y el moldeo en el paso S6 se efectúen sin magnetización, la pieza verde sinterizada se magnetiza en un campo magnético externo en un paso S11 para orientar los dominios magnéticos.

Los imanes según la invención, que se pueden producir por medio del procedimiento según la invención, presentan las siguientes ventajas:

- es posible la formación de cuerpos complejos, en especial mediante empleo de PIM;
- intensidades de campo coercitivo aumentadas y, por consiguiente, estabilidad a temperatura debido al menor tamaño de partícula, o bien grano;
- estabilidad a corrosión debido a la incorporación de las partículas metálicas en la matriz;
- mayor resistencia mecánica (dureza) debido al menor tamaño de partícula y a la mayor densidad de empaquetadura;
- reducción de corrientes turbulentas producidas en el imán debido al efecto aislante dieléctrico de la matriz en combinación con el tamaño de partícula reducido;
- grado de acción más elevado debido al aislamiento eléctrico de partículas (menor corriente turbulenta = menor producción de calor en el imán = estabilidad a temperatura más elevada);
- distribución uniforme del flujo magnético, ya que no se produce crecimiento de grano;

## ES 2 715 725 T3

- supresión del revestimiento del imán final;
- deformación nula o mínima de los imanes en la sinterización (en el estado de la técnica se produce la deformación, los imanes se deben pulir adicionalmente por separado);
- se pueden obtener especificaciones de tolerancia más estrechas;
- 5 • están exentos de Dy y Tb (en caso deseado);
- no presentan formación de estructuras complejas;
- no presentan formación de fase rica en Nd (fase líquida mediante matriz de material), es decir, el desacoplamiento magnético de las partículas magnéticas tiene lugar a través del material de revestimiento = reducción de contenido de Nd a aproximadamente un 8 % (reducción de costes);
- 10 • no presentan formación de fase de  $\eta$  no deseada;
- no presentan formación de fase de  $\alpha$  Fe dendrítica;
- no presentan crecimiento de grano;
- no presentan limitación respecto a dimensiones del imán (en el caso de GBDP los imanes están limitados a < 5 mm);
- 15 • eliminación del peligro de inflamación del polvo magnético;
- procesos de producción (tras el revestimiento de polvo) realizables bajo atmósfera normal, almacenaje del polvo sin problemas;
- no presentan porosidad residual en el imán tras la sinterización;
- no presentan influencia de la aleación magnética debido a procesos de sinterización;
- 20 • compatibilidad medioambiental: imanes reciclables en un 100 %. Separación de los núcleos de imán mediante calentamiento del material de matriz (fase líquida). SCIP sigue presente, no se produce formación de aglomerados de núcleos magnéticos (partículas magnéticas).

### Lista de signos de referencia

- |    |                                  |
|----|----------------------------------|
| 10 | Polvo                            |
| 25 | 11 Partícula                     |
|    | 12 Material magnético            |
|    | 13 Mezcla                        |
|    | 14 Composición aglutinante       |
|    | 15 Pieza en verde                |
| 30 |                                  |
|    | 20 Imán permanente               |
|    | 21 Matriz                        |
|    |                                  |
|    | 30 Máquina de inyección de polvo |
| 35 | 31 Cilindro de inyección         |
|    | 32 Husillo                       |
|    | 33 Instalación de temperado      |
|    | 34 Herramienta de moldeo         |

## ES 2 715 725 T3

	50	Herramienta de prensado
	51	Matriz de prensado
	52	Bobina
5	60	Horno

**REIVINDICACIONES**

1.- Procedimiento para la producción de un imán permanente (20), que comprende los pasos:

- (a) producción de una mezcla (13) que comprende
  - un polvo (10) de un material magnético (12), así como
  - 5       - una composición aglutinante (14), que comprende al menos un compuesto precursor para óxido de silicio, y al menos un compuesto precursor de al menos un óxido ulterior,
- (b) moldeado de la mezcla (13) para dar una pieza verde (15);
- (c) tratamiento térmico de la pieza verde (15) para la transformación al menos de partes de la composición aglutinante (14) en los óxidos, y
- 10   (d) sinterización de la pieza verde (15) a continuación o simultáneamente con el paso (c) bajo formación de una matriz de cerámica vítrea, cerámica o vitrocerámica (21) a partir de los óxidos, que alojan las partículas (11) de material magnético (12),

caracterizado por que el (b) moldeo se efectúa mediante inyección de polvo (PIM).

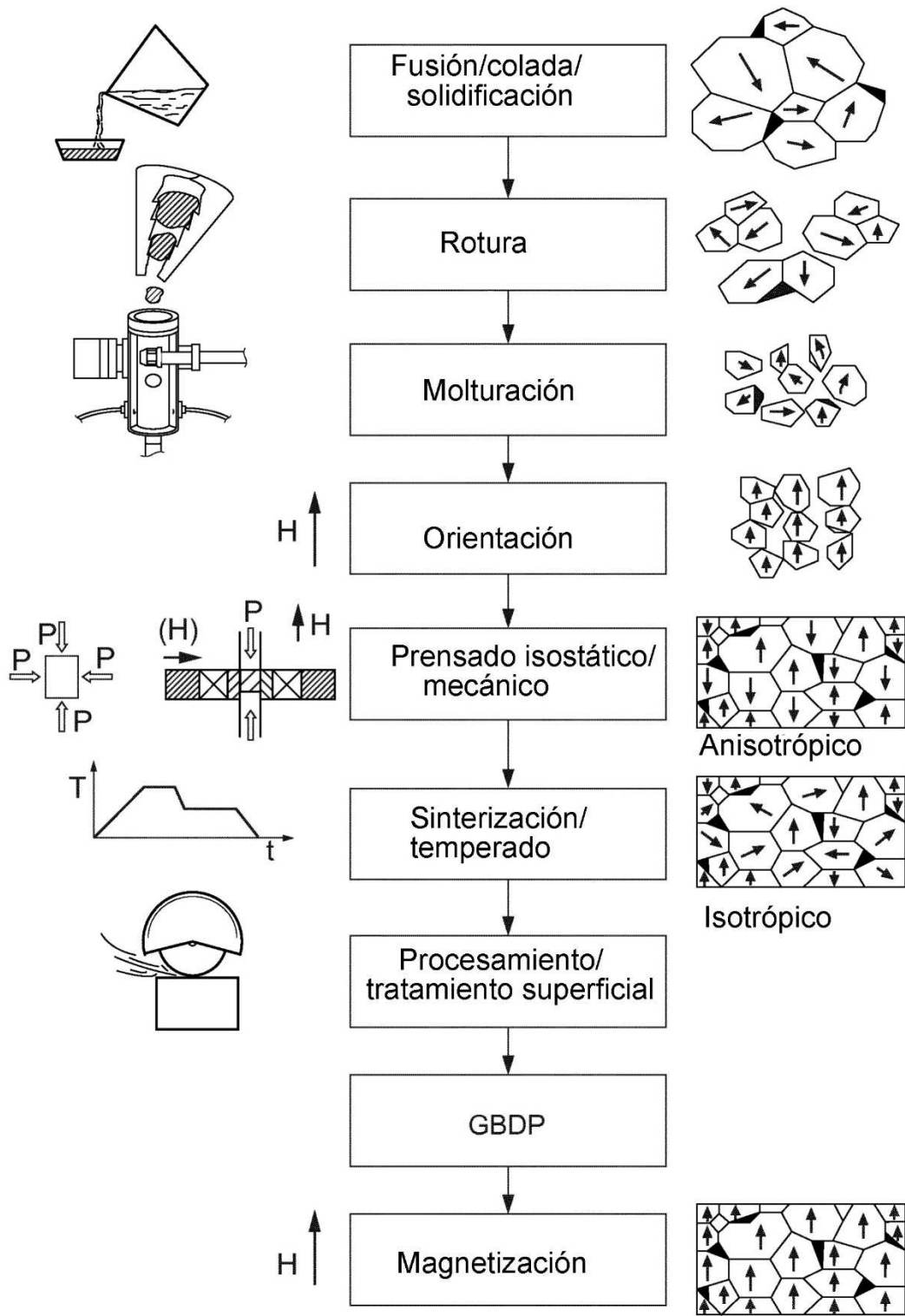
15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, efectuándose el moldeo en un campo magnético externo y/o comprendiendo el procedimiento además un paso (e) de magnetización del material magnético (12) en un campo magnético externo, que se efectúa tras el paso (d).

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, siendo el compuesto precursor, al menos uno, del óxido ulterior, al menos uno, un compuesto precursor para un óxido  $M_xO_y$ , donde O significa oxígeno y M es un elemento catiónico, en especial Al, B, P, Ge, Li, Na, K, Sr, Mg, Ca, Ba, Ti, Zr, Cu, Pb, Zn, Be, Dy, Pr, Nd o Tb.

20 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, comprendiendo el compuesto precursor, al menos uno, del óxido ulterior  $M_xO_y$ , al menos uno, un compuesto orgánico del elemento catiónico M, en especial un compuesto de alcóxido o alquilo del mismo.

25 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, comprendiendo el compuesto precursor, al menos uno, para óxido de silicio un siloxano, en especial un polidialquilsiloxano, y/o un silicato, en especial un ortosilicato de tetraalquilo.

6.- procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, efectuándose el tratamiento térmico para la sinterización de la pieza verde a una temperatura que es menor que la temperatura apropiada para la sinterización del material magnético (12).



**FIG. 1**  
Estado de la técnica

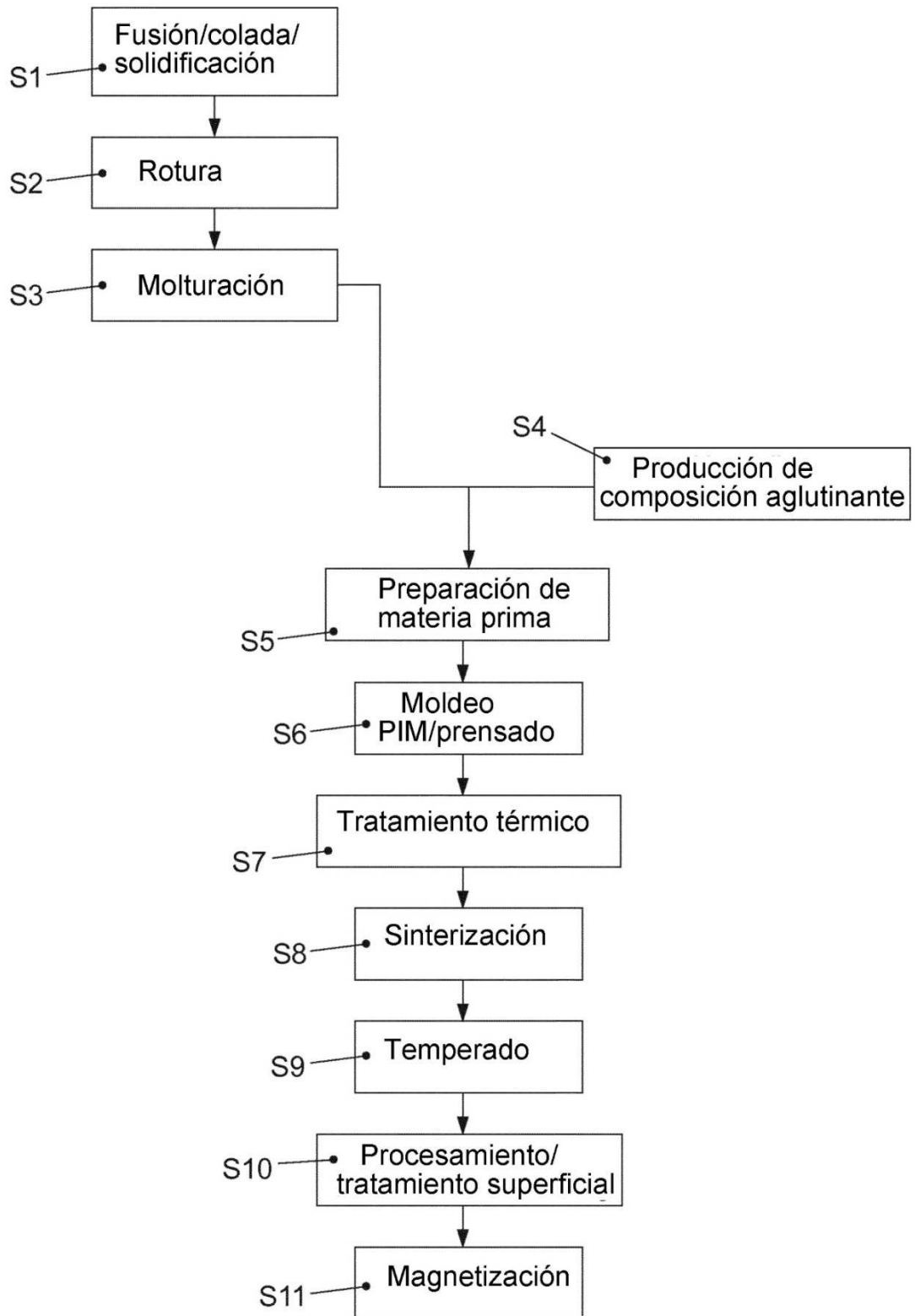


FIG. 2



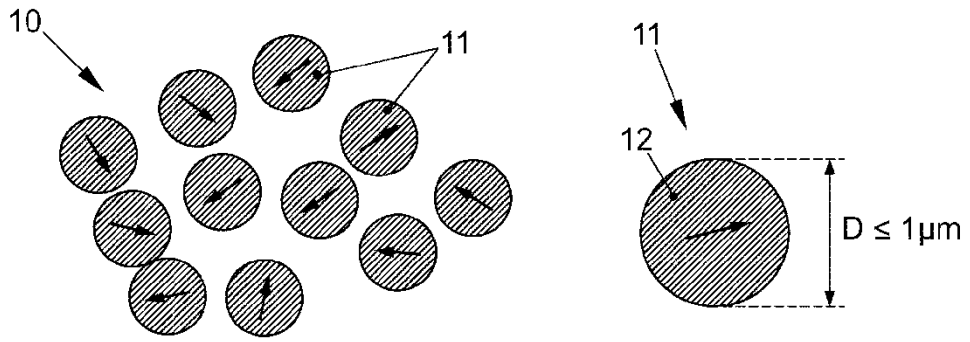


FIG. 3a

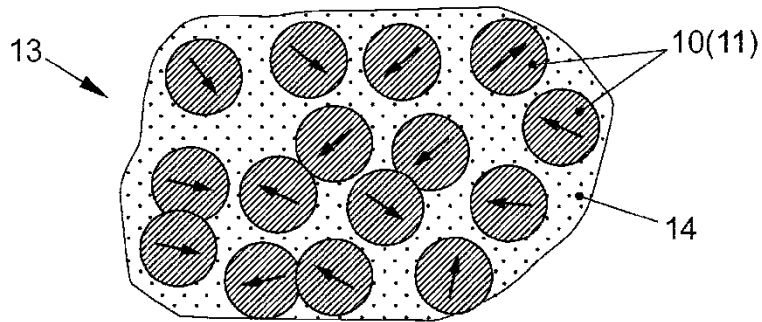


FIG. 3b

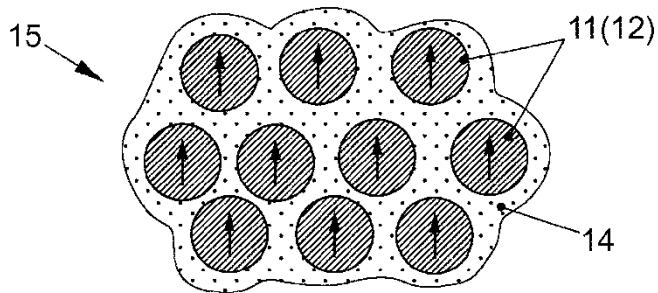


FIG. 3c

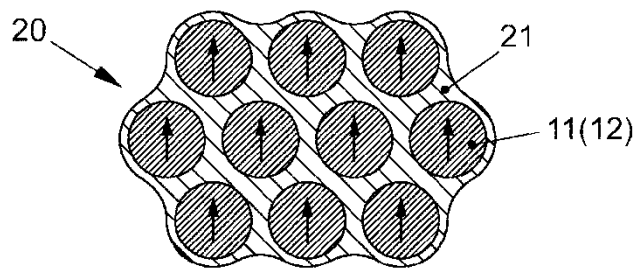


FIG. 3d

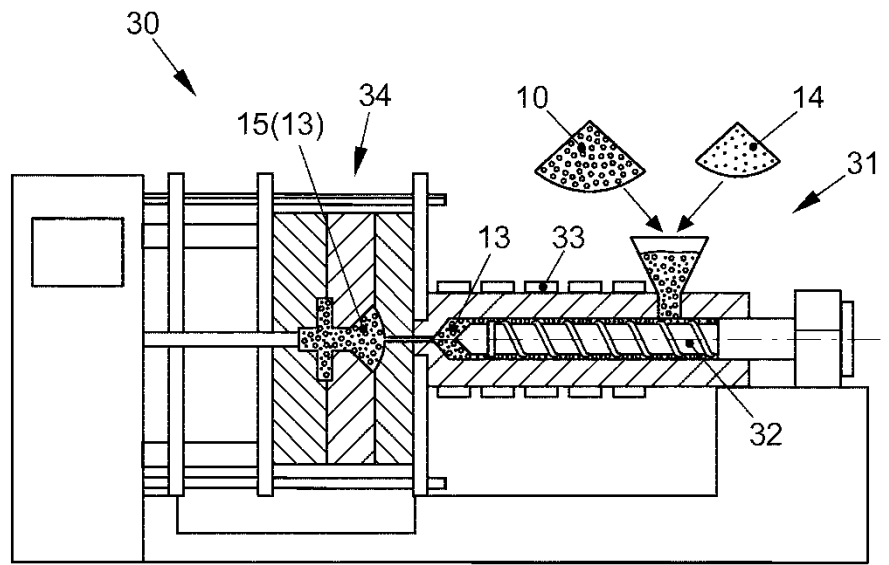


FIG. 4

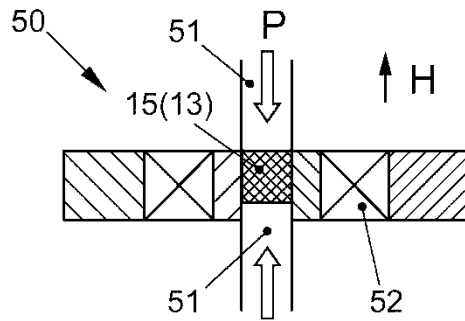


FIG. 5

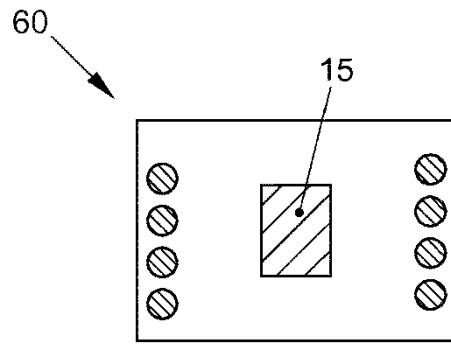


FIG. 6

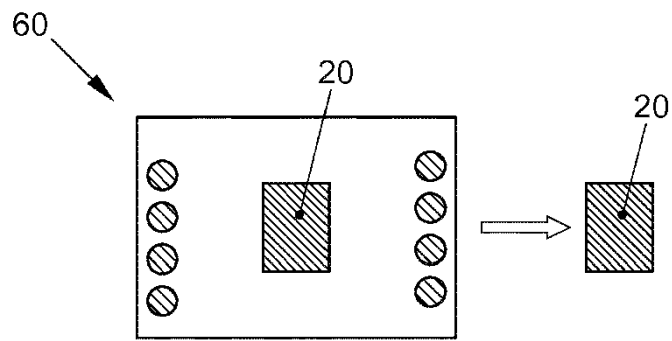


FIG. 7