

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 742 188**

51 Int. Cl.:

H01F 1/08 (2006.01)

H01F 1/057 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.03.2015 PCT/CN2015/075512**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.10.2015 WO15149685**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.03.2015 E 15772705 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2019 EP 3128521**

54 Título: **Imán sinterizado de R-Fe-B-Cu que contiene W y aleación de temple**

30 Prioridad:

31.03.2014 CN 201410126926

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

13.02.2020

73 Titular/es:

XIAMEN TUNGSTEN CO. LTD. (50.0%)

No. 1005 Anling Road, Huli, Xiamen

Fujian 361009, CN y

FUJIAN CHANGTING GOLDEN DRAGON RARE-EARTH CO., LTD. (50.0%)

72 Inventor/es:

NAGATA, HIROSHI;

YU, RONG y

LAN, QIN

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 742 188 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Imán sinterizado de R-Fe-B-Cu que contiene W y aleación de temple

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere al campo de la tecnología de fabricación de imanes, y en particular a un imán sinterizado de tierras raras y una aleación de temple con una cantidad menor de W y bajo contenido de oxígeno.

10 Antecedentes de la invención

En años recientes, se han aplicado tres nuevas técnicas principales para imán sinterizado de tierras raras (que comprende fase principal tipo $R_2Fe_{14}B$) rápidamente a procesos técnicos de producción en masa, los detalles son los siguientes:

15 1. Proceso de fabricación de imán con bajo contenido de oxígeno: reducir el contenido de oxígeno del imán que deteriora la propiedad de sinterización y la coercitividad tanto como sea posible;

20 2. Proceso de fabricación de materia prima: la aleación materia prima se fabrica por el método de fundición en banda como se representa, en donde al menos una parte de la aleación se fabrica mediante un método de temple;

3. Agregar una cantidad menor de Cu, puede obtener un mayor valor de coercitividad dentro de un intervalo de temperatura más amplio y mitigar la dependencia de la coercitividad y la velocidad de temple (del informe público JP2720040, etc.).

25 Es fácilmente posible adquirir una propiedad extremadamente alta por la acción aditiva de aumentar la cantidad de fase rica en Nd en el límite de grano cristalino y la dispersabilidad después de combinar las tres nuevas técnicas para producción en masa.

30 Sin embargo, el número de fases líquidas de bajo punto de fusión aumenta durante el proceso de sinterización a medida que se agrega Cu al imán de bajo contenido de oxígeno; y las carencias de fácil aparición de crecimiento anormal de grano y disminución significativa de la perpendicularidad (SQ) surgen mientras que la propiedad de sinterización mejora significativamente al mismo tiempo. La solicitud de patente europea EP 2302646 A1 de Hitachi Metals Ltd es una de las referencias relacionadas de la técnica anterior en el campo de aleación de metal sinterizado.

35 Sumario de la invención

El objetivo de la presente invención es superar la carencia de técnica convencional, y describe una fase principal en serie de $R_2Fe_{14}B$ que contiene W, el imán sinterizado utiliza una cantidad menor de cristal de fijación W para segregar la migración del límite de grano fijado en el límite de grano cristalino para prevenir efectivamente el crecimiento anormal de grano (AGG) y obtener una mejora significativa.

La solución técnica de la presente invención es la siguiente:

45 un imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W, el imán sinterizado comprende una fase principal de tipo $R_2Fe_{14}B$, siendo la R al menos un elemento de tierra rara que comprende Nd o Pr, en donde el límite de grano cristalino del imán de tierra rara comprende un área rica en W con un contenido de W superior a 0,004 %at e inferior a 0,26 %at, el área rica en W se distribuye con una dispersión uniforme en el límite del grano de cristal, y representa 5,0 % en volumen ~ 11,0 % en volumen del imán sinterizado.

50 En la presente invención, el límite de grano cristalino es la parte excepto la fase principal ($R_2Fe_{14}B$) del imán sinterizado. El imán tiene un contenido de W de 0,0005-0,03 %at, un contenido de Cu de 0,05-1,2 %at y contenido de O de 0,1-1,0 %at.

55 En una realización preferida, el imán está compuesto por la siguiente materia prima:

12 %at ~ 15,2 %at de R,
5 %at ~ 8 %at de B,
inferior a 5,0 %at de X, seleccionándose la X de al menos un elemento de Al, Si, Ga, Sn, Ge, Ag, Au, Bi, Mn, Nb,
60 Zr o Cr, el contenido total de Nb y Zr es inferior a 0,20 %at cuando la X comprende Nb y/o Zr,
siendo el resto 0 %at ~ 20 %at de Co, Fe e impurezas inevitables.

El %at de la presente invención es el porcentaje atómico.

65 El elemento de tierra rara indicado por la presente invención se selecciona de al menos un elemento de Nd, Pr, Dy, Tb, Ho, La, Ce, Pm, Sm, Eu, Gd, Er, Tm, Yb, Lu o itrio.

Es difícil garantizar la precisión del resultado de detección para los elementos traza en la investigación anterior como la restricción del dispositivo de detección. Recientemente, como promoción de la técnica de detección, ha aparecido un dispositivo de detección con una mayor precisión, tal como el espectrómetro de masas de plasma acoplado inductivamente ICP-MS, microanalizador de sonda electrónica de campo de emisión FE-EPMA, etc. A ese respecto, ICP-MS (tipo 7700x, Agilent) es capaz de detectar un elemento con un contenido de 10 ppb. FE-EPMA (tipo 8530F, JEOL) adopta su pistola de emisión de campo, y aún puede garantizarse un rayo eléctrico muy delgado cuando se trabaja bajo una corriente alta, y la resolución más alta alcanza 3 nm, el límite de detección para el contenido del elemento de micro-región alcanza aproximadamente 100 ppm.

La presente invención es diferente de la tendencia convencional que adopta una mayor adición de materia prima metálica de alto punto de fusión Zr, Hf, Mo, V, W y Nb (limitándose generalmente a aproximadamente 0,25 %), forma fases amorfas y fases de temple isotrópicas, en consecuencia, deteriora el grado de orientación del cristal y reduce significativamente Br y (BH)_{max}; la presente invención comprende una cantidad menor de W, es decir, con un contenido inferior a 0,03 %at, porque W es un elemento no magnético, el efecto de dilución es menor y apenas contiene fases amorfas y fases de temple isotrópicas en la aleación del imán de temple, por tanto, una cantidad menor de W de la presente invención no reduce Br y (BH)_{max} en absoluto, mientras que aumenta Br y (BH)_{max} en su lugar.

Referido a la presente bibliografía e informe, W tiene un mayor límite de solubilidad de sólidos, por tanto, la cantidad menor de W puede disolverse uniformemente en el líquido fundido. Sin embargo, como el radio iónico y la estructura electrónica de W son diferentes de los del elemento de constitución principal de elemento de tierra rara, Fe, y B; por tanto, casi no hay W en la fase principal de $R_2Fe_{14}B$, W se concentra hacia el límite de grano cristalino con la precipitación de la fase principal de $R_2Fe_{14}B$ durante el proceso de enfriamiento del líquido fundido. Cuando se prepara la composición de la materia prima, la composición del tipo de tierra rara está diseñada como más que la composición de la aleación de fase principal, en consecuencia, el contenido de la tierra rara (R) es mayor en el límite de grano cristalino, en otras palabras, la fase rica en R (también denominada fase rica en Nd) comprende la mayoría de W (detectada y verificada con FE-EPMA, la mayoría de la cantidad menor de W existe en el límite del grano cristalino), después de que W se disuelve en el límite de grano, como la compatibilidad del elemento W, elemento de tierra rara y Cu son relativamente malas, W de la fase rica en R del límite de grano precipita y se separa durante el proceso de enfriamiento, cuando la temperatura de solidificación del límite de grano alcanza aproximadamente 500 ~ 700 °C, W puede precipitar levemente de manera de dispersión uniforme, ya que W se coloca en la región en donde B, C y O se difunden lentamente y es difícil formar un compuesto con un tamaño grande que comprenda W_2B , WC y WO. Después de triturar la aleación de la materia prima, entrar en los procesos de compactación y sinterización, la fase principal del grano puede crecer durante los procesos de compactación y sinterización, sin embargo, como W (efecto de fijación) existente en el límite de grano cristalino realiza un efecto de fijación para la migración del límite de grano, que puede prevenir eficazmente la formación de crecimiento anormal de grano y tiene un efecto muy favorable para mejorar las propiedades de SQ y H_{cj}. Tomemos el ejemplo de la figura 1 que ilustra el principio de efecto de fijación para la migración del límite de grano, la mancha negra de la figura 1 representa el cristal de fijación W, 2 representa líquido fundido de aleación, 3 representa grano, la flecha representa la dirección de crecimiento del grano, como se ilustra en la figura 1, durante el proceso de crecimiento del grano, la sustancia del cristal de fijación W se acumula en la superficie de la dirección de crecimiento del grano, comparte el proceso de migración de sustancias entre el grano y la circunstancia externa y, por tanto, se bloquea el crecimiento del grano.

De forma similar, ya que W precipita de manera menor y uniforme, la aparición de AGG se evita en el compuesto intermetálico de tierra rara $R_2Fe_{14}B$, y mejora la perpendicularidad (SQ) del imán fabricado. Además, a medida que la distribución de Cu en el límite del grano aumenta la cantidad de fase líquida con un punto de fusión bajo, el aumento de la fase líquida con bajo punto de fusión promueve la migración de W, referido al resultado de EPMA de la figura 3, en la presente invención, la distribución de W en el límite del grano es muy uniforme, con un intervalo de distribución excede el intervalo de distribución de la fase rica en Nd y envuelve totalmente toda la fase rica en Nd, que puede considerarse una evidencia de que W desempeña el efecto de fijación y bloquea el crecimiento del cristal.

Además, en la forma convencional, puede aparecer una pluralidad de fases de boruro metálico con alto punto de fusión debido a la adición abundante de un elemento metálico de alto punto de fusión que comprende Zr, Hf, Mo, V, W, y Nb etc., las fases de boruro tienen una dureza muy alta, que son muy duras y pueden deteriorar considerablemente la propiedad de mecanizado. Sin embargo, como el contenido de W de la presente invención es muy pequeño y apenas aparecen fases de boruro metálico de alto punto de fusión, incluso una existencia menor apenas deteriora el mecanizado.

Lo que necesita explicarse es que en el presente habitualmente se adopta la preparación del método de tierra rara, se adopta un electrolizador de crisol de grafito, se usa un crisol de grafito cilíndrico como polo positivo, una barra de tungsteno (W) está dispuesta sobre el eje del crisol y se usa como polo negativo, y se adopta la parte inferior de un crisol de tungsteno para recoger metales de tierra rara. En el proceso de fabricación del elemento de tierra rara (tal como Nd) como se indica, se mezcla inevitablemente una pequeña cantidad de W. Por supuesto, el molibdeno (Mo) y otros metales con alto punto de fusión también pueden adoptarse como polo negativo, simultáneamente, se adopta un crisol de molibdeno para la recolección de metales de tierra rara para obtener el elemento de tierra rara completamente sin W.

En la presente invención, W también puede ser impurezas de materias primas (tales como Fe puro, metales de tierra rara y B, etc.) etc., la selección de la materia prima adoptada por la presente invención depende del contenido de las impurezas de la materia prima; por supuesto, también puede seleccionarse una materia prima (tal como Fe puro, metal de tierra rara y B, etc.) con un contenido de W inferior al límite de detección del dispositivo existente (puede considerarse como sin W), y adopta una forma de añadir el contenido de La materia prima metálica W como se indica mediante la presente invención. En pocas palabras, siempre que la materia prima comprenda una cantidad necesaria de W e independientemente del recurso de W. El contenido del elemento W del metal Nd de diferentes fábricas y diferentes áreas de producción se ejemplifica en la TABLA 1.

TABLA 1. Contenido de elemento W de metal Nd de diferentes fábricas y diferentes áreas de producción

Materia prima de W metálico	pureza	Concentración de W(ppm)
A	2N5	inferior al límite de detección
B	2N5	1
C	2N5	11
D	2N5	28
E	2N5	89
F	2N5	150
G	2N5	251

El significado representado por 2N5 de la TABLA 1 es 99,5 %.

Lo que necesita explicarse es que en la presente invención, el intervalo de contenido de 12 %at ~ 15,2 %at de R, 5 %at ~ 8 %at de B, el resto 0 %at ~ 20 %at de Co y Fe, etc. es la selección convencional de la presente invención, por tanto, el intervalo de contenido de R, B, Fe y Co de las realizaciones no se experimentan ni verifican.

Además, se necesita un entorno con bajo nivel de oxígeno para realizar todos los procesos de fabricación del imán de la presente invención, el contenido de O se controla en 0,1 %at ~ 1,0 %at, de tal modo que se pueda obtener el efecto afirmado de la presente invención. Hablando en general, un imán de tierra rara con un mayor contenido de oxígeno (superior a 2500 ppm) es capaz de reducir la formación de AGG, sin embargo, aunque un imán de tierra rara con un menor contenido de oxígeno tiene una propiedad magnética favorable, la formación de AGG es fácil; en comparación, la presente invención solo comprende una cantidad extremadamente pequeña de W y una pequeña cantidad de Cu, y al mismo tiempo es capaz de adquirir el efecto de reducir AGG en el imán de bajo contenido en oxígeno.

Lo que necesita explicarse es que, ya que el proceso de fabricación con bajo nivel de oxígeno del imán es una técnica convencional, y la forma de fabricación con bajo nivel de oxígeno se adopta en todas las realizaciones de la presente invención, no hay descripción detallada más pertinente aquí.

En una realización preferida, el contenido de X es inferior a 2,0 %at.

En una realización preferida, el imán se fabrica mediante los siguientes pasos: un proceso para producir una aleación para el imán sinterizado colando una materia prima fundida con la composición del imán sinterizado a una velocidad de enfriamiento de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s; los procesos de producción de un polvo fino en primer lugar mediante trituración gruesa y, en segundo lugar, trituración fina de la aleación para el imán sinterizado; y obteniendo un compacto mediante un método de compactación por campo magnético, sinterización adicional del compacto al vacío o gas inerte a una temperatura de 900 °C ~ 1100 °C para obtener el imán sinterizado. Es una técnica convencional de la industria adoptar la temperatura de sinterización de 900 °C ~ 1100 °C, por tanto, el intervalo de temperatura de la sinterización de las realizaciones no se experimenta ni verifica.

Al adoptar las formas mencionadas anteriormente, aumenta el grado de dispersión de W en el límite del grano, la perpendicularidad supera el 95 % y se mejora la propiedad de resistencia al calor del imán.

La investigación muestra que los métodos para aumentar el grado de dispersión de W se muestran a continuación:

- 1) Ajustar la velocidad de enfriamiento de la aleación para el imán sinterizado fabricado mediante el líquido fundido que comprende los componentes del imán sinterizado, cuanto más rápida sea la velocidad de enfriamiento, mejor será el grado de dispersión de W;
- 2) Controlar la viscosidad del líquido fundido que comprende los componentes del imán sinterizado, cuanto menor sea la viscosidad, mejor será el grado de dispersión de W;
- 3) Ajustar la velocidad de enfriamiento después de la sinterización, cuanto más rápida sea la velocidad de enfriamiento, mejor será el grado de dispersión de W, ya que se reduce el defecto de red.

En la presente invención, el grado de dispersión de W se mejora principalmente al controlar la velocidad de enfriamiento del líquido fundido.

En una realización preferida, el contenido de B del imán sinterizado es preferentemente de 5 %at a 6,5 %at. La fase de compuesto de boruro se forma porque una cantidad excesiva de B reacciona muy fácilmente con W, esas fases de compuestos de boruro tienen una dureza muy alta, que son muy duras y deterioran bruscamente la propiedad de mecanizado, paralelamente, a medid que se forma la fase de compuesto de boruro (fase WB_2) con un gran tamaño, el efecto de fijación uniforme de W en el límite de grano cristalino se ve afectado, por tanto, se reduce la formación de la fase de compuesto de boruro y se realiza el efecto de fijación uniforme de W de manera suficiente reduciendo adecuadamente el contenido de B. Mediante el análisis de FE-EPMA, cuando el contenido de B es superior a 6,5 %at, se puede generar una gran cantidad de $R(T,B)_2$ que comprende B en el límite de grano cristalino, y cuando el contenido de B es 5,0 %at ~ 6,5 %at, se genera una fase de tipo $R_6T_{13}X$ ($X = Al, Cu, Ga, etc.$) que comprende W, la generación de esta fase optimiza la coercitividad y la perpendicularidad y posee un magnetismo débil, W es beneficioso para la generación de fase tipo $R_6T_{13}X$ y mejora la estabilidad.

En una realización preferida, el contenido de Al del imán sinterizado es preferentemente de 0,8 %at a 2,0 %at, mediante el análisis de FE-EPMA, cuando el contenido de Al es 0,8 %at ~ 2,0 %at, se genera una fase de tipo $R_6T_{13}X$ ($X = Al, Cu, Ga, etc.$) que comprende W, la generación de esta fase optimiza la coercitividad y la perpendicularidad y posee un magnetismo débil, W es beneficioso para la generación de fase tipo $R_6T_{13}X$ y mejora la estabilidad.

En una realización preferida, las impurezas inevitables de la presente invención comprenden además una pequeña cantidad de C, N, S, P y otras impurezas en la materia prima o mezclas inevitablemente en el proceso de fabricación, por tanto, durante el proceso de fabricación del imán sinterizado de la presente invención, el contenido de C se controla preferentemente por debajo de 1 %at, por debajo de 0,4 % es más preferente, mientras que el contenido de N se controla por debajo de 0,5 %at, el contenido de S se controla por debajo de 0,1 %at, el contenido de P se controla por debajo de 0,1 %at.

En una realización preferida, la trituración gruesa comprende el proceso de decrepitación de hidrógeno de la aleación para que el imán sinterizado obtenga un polvo grueso; la trituración fina comprende el proceso de molienda por chorro del polvo grueso, comprende además un proceso para retirar al menos una parte del polvo con un tamaño de partícula inferior a 1,0 μm después de la trituración fina, de modo que el polvo que tiene un tamaño de partícula inferior a 1,0 μm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen.

En una realización preferida, que comprende además un proceso de tratamiento del imán sinterizado por difusión de límite de grano de RH. La difusión del límite de grano se realiza generalmente a una temperatura de 700 °C ~ 1050 °C, el intervalo de temperatura es la selección convencional de la industria, y por tanto, el intervalo de temperatura indicado de las realizaciones no se experimenta ni verifica.

Durante la difusión del límite del grano al imán sinterizado, una cantidad menor de W puede generar una cantidad muy pequeña de cristal W y no obstaculizar la difusión de RH, por tanto la velocidad de difusión es muy rápida. Además, se forma la fase rica en Nd con bajo punto de fusión al comprender una cantidad apropiada de Cu, que puede además realizar el efecto de promover la difusión. Por tanto, el imán de la presente invención es capaz de obtener una propiedad extremadamente alta y un enorme salto por la difusión del límite del grano RH.

En una realización preferida, seleccionándose HR de al menos uno de Dy o Tb.

En una realización preferida, que comprende además una etapa de tratamiento de envejecimiento: tratar imán sinterizado a una temperatura de 400 °C ~ 650 °C.

En una realización preferida, que comprende además un tratamiento de envejecimiento de dos etapas: tratamiento térmico de primer orden del imán sinterizado a 800 °C ~ 950 °C durante 1 h ~ 2 h, luego, tratamiento térmico de segundo orden del imán sinterizado a 450 °C ~ 660 °C durante 1 h ~ 4 h.

En una realización preferida, el contenido de O del imán sinterizado es 0,1 %at ~ 0,5 %at. En el intervalo, la división de O, W y Cu logran la mejor división, la resistencia térmica del imán sinterizado es alta, el imán es estable en condiciones de trabajo dinámicas, el contenido de oxígeno es bajo y Hcj aumenta cuando no existe AGG.

En una realización preferida, el contenido de Ga del imán sinterizado es de 0,05 %at ~ 0,8 %at.

Otro objetivo de la presente invención es desvelar una aleación de temple para el imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W.

Una aleación de temple para el imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W, en donde la aleación comprende un área rica en W con un contenido de W superior a 0,004 %at e inferior a 0,26 %at, el área rica en W se distribuye con una dispersión uniforme en el límite de grano cristalino, y representa al menos el 50 % en volumen del límite de grano cristalino.

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

1) Basado en la técnica de tres imanes para producción en masa del fondo de la invención que mejora la propiedad del imán, la presente invención dedica una investigación en relación con el microelemento, y mejora SQ, Hcj, Br y (BH)max del imán disminuyendo AGG durante la sinterización, los resultados muestran que, una cantidad menor de sustancia cristalina de fijación de W fija la migración del límite de grano en el límite de grano cristalino, lo que impide efectivamente la generación de crecimiento anormal de grano (AGG), y puede lograr un efecto de mejora significativa.

2) El contenido de W de la presente invención es muy pequeño y está uniformemente disperso, y apenas aparecen fases de boruro metálico de alto punto de fusión, incluso una existencia menor apenas deteriora el mecanizado

3) La presente invención comprende una cantidad menor de W (elemento no magnético), que es un contenido por debajo de 0,03 %at, el efecto de dilución es menor y apenas contiene fases amorfas y fases de temple isotrópicas en la aleación del imán de temple, ensayado con FE-EPMA, la mayoría de la cantidad menor de W existe en el límite de grano cristalino, por tanto, una cantidad menor de W de la presente invención puede no reducir Br y (BH) max en absoluto, mientras que aumenta Br y (BH) max en su lugar.

4) El componente de la presente invención comprende una cantidad menor de Cu y W, de modo que el compuesto intermetálico con alto punto de fusión [tal como fase WB_2 (punto de fusión 2365 °C), etc.] no puede generarse en el límite del grano, mientras que muchas aleaciones eutécticas tales como RCu (punto de fusión 662 °C), RCu_2 (punto de fusión 840 °C) y Nd-Cu (punto de fusión 492 °C), etc., se generan, como resultado, casi todas las fases en el límite de grano cristalino excepto la fase W se funden bajo la temperatura de difusión del límite de grano, la eficiencia de la difusión del límite del grano es favorable, la perpendicularidad y la coercitividad se han mejorado en un grado sin precedentes, especialmente la perpendicularidad alcanza más de 99 %, obteniendo así un imán de alto rendimiento con una buena propiedad de resistencia térmica. La fase WB_2 comprende aleación WFeB, aleación WFe, aleación WB, etc.

5) Una cantidad menor de W es capaz de promover la formación de fase tipo $R_6T_{13}X$ (X = Al, Cu y Ga etc.), la generación de esta fase mejora la coercitividad y la perpendicularidad y es débilmente magnética.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra esquemáticamente el principio del efecto de fijación de W a la migración de límite de grano.

La Figura 2 ilustra un resultado de detección de EPMA del templado de lámina de aleación de la realización 3 de la realización I.

La Figura 3 ilustra un resultado de detección de EPMA de un imán sinterizado de la realización 3 de la realización I.

Descripción detallada de realizaciones preferentes

La presente invención se describirá además con las realizaciones.

Las definiciones de BHH, proceso de evaluación de la propiedad magnética y determinación de AGG son las siguientes:

BHH es la suma de (BH)max y Hcj, que es uno de los estándares de evaluación de la propiedad integral del imán.

Proceso de evaluación de propiedad magnética: ensayar el imán sinterizado por el sistema de ensayo no destructivo de tipo NIM-10000H para imán permanente de tierra rara grande BH de la Universidad de Jiliang en China.

Determinación de AGG: pulir el imán sinterizado en dirección perpendicular a su dirección de alineación, se determina la cantidad media de AGG comprendida en cada 1 cm², AGG indicado por la presente invención tiene un tamaño de grano superior a 40 μm.

El límite de detección detectado con FE-EPMA indicado por cada realización es de aproximadamente 100 ppm; las condiciones de detección son las siguientes:

elemento	crystal analizador	canal de espectrómetro CH	línea de análisis	tensión de aceleración	corriente de sonda	muestra estándar
Cu	LiFH	CH-3	Lα	20 kv	50 nA	Sustancia simple de Cu
Nd	LiFH	CH-3	Lα	20 kv	50 nA	NdP ₅ O ₁₄
W	LiFH	CH-4	Lα	20 kv	50 nA	Sustancia simple de W

La resolución más alta de FE-EPMA alcanza 3 nm, la resolución también puede alcanzar 50 nm en las condiciones de detección indicadas anteriormente.

Realización I

Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd y Dy respectivamente con una pureza del 99,5 %, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, Cu y Al, respectivamente, con pureza de 99,5 % y W con pureza de 99,999 %; contándose en porcentaje atómico %at.

- 5 Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Nd, Dy, Fe, B, Al, Cu y Co utilizados en la realización están bajo el límite de detección de los dispositivos existentes, la fuente de W es de un W metal adicional añadido.

10 El contenido de cada elemento se muestra en la TABLA 2 (las muestras N.º 1 y 7 están fuera del alcance de la invención):

TABLA 2 División de cada elemento (%at)

N.º	Nd	Dy	B	W	Al	Cu	Co	Fe
1	13,5	0,5	6	$3 \cdot 10^{-4}$	1	0,1	1,8	resto
2	13,5	0,5	6	$5 \cdot 10^{-4}$	1	0,1	1,8	resto
3	13,5	0,5	6	0,002	1	0,1	1,8	resto
4	13,5	0,5	6	0,01	1	0,1	1,8	resto
5	13,5	0,5	6	0,02	1	0,1	1,8	resto
6	13,5	0,5	6	0,03	1	0,1	1,8	resto
7	13,5	0,5	6	0,05	1	0,1	1,8	resto

15 Preparar 100 kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia por pesada respectiva según la TABLA 2.

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

20 Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance los 50000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica de la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y luego enfriar a temperatura ambiente.

25 La detección del compuesto de Cu, Nd y W de la aleación de temple fabricada según la realización 3 con FE-EPMA (Micro-analizador de sonda electrónica de emisión de campo) [Japanese electronic kabushiki kaisha (JEOL), 8530F], los resultados se muestran en la figura 2, que se puede observar que, W se distribuye en la fase rica en R con una alta dispersidad.

30 La detección de las láminas de aleación de temple con FE-EPMA, la región rica en W se distribuye en el límite de grano cristalino con una dispersidad uniforme, y ocupa al menos el 50 % en volumen del límite de grano cristalino de la aleación, en donde, la región rica en W significa una región con contenido de W por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

35 Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,1 MPa, colocándose después la aleación durante 2 horas, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, luego enfriarse, y sacarse el polvo tratado después del proceso decrepitación de hidrógeno.

40 Proceso de trituration fina: realizar molienda por chorro en una muestra en la sala de trituration a una presión de 0,4 MPa y en la atmósfera con gas oxidante por debajo de 100 ppm, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 4,5 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.

45 Adoptar un clasificador para clasificar el polvo fino parcial (ocupa el 30 % del peso total del polvo fino) tratado después del proceso de trituration fina, retirar la partícula de polvo con un tamaño de partícula menor a 1,0 µm, luego mezclar el polvo fino clasificado y el polvo fino sin clasificar restante. El polvo con un tamaño de partícula inferior a 1,0 µm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

50 Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,2 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.

55 Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo agregado con caprilato de metilo de una 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 39,2 MPa (0,4 t/cm²), luego desmagnetizar el cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.

El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,2 MPa (1,4 t/cm²).

Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en primer lugar en un vacío de 10⁻³Pa y se mantiene respectivamente durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 800 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1030 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.

Proceso de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante 1 hora a 460 °C en atmósfera de gas Ar de alta pureza, luego enfriarse a temperatura ambiente y se saca.

Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 15 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 7, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 3 y la TABLA 4 (en ambas tablas, las muestras N.º 1 y 7 están fuera del alcance de la invención).

TABLA 3 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	Cantidad media de W en la fase de límite de grano (%at)	Relación de la fase			fase amorfa	fase isotrópica	número de AGG
		rica en W en el imán (% en volumen)	Fase WB2				
1	0,002	4,8	no	no	no	23	
2	0,004	5,0	no	no	no	2	
3	0,018	7,4	no	no	no	1	
4	0,090	9,5	no	no	no	0	
5	0,168	9,8	no	no	no	0	
6	0,255	11,0	no	no	no	0	
7	0,440	13,2	sí	sí	sí	0	

La fase amorfa y la fase isotrópica de la TABLA 3 investigan la fase amorfa y la fase isotrópica de la aleación.

La fase rica en W de la TABLA 3 es una región con un contenido de W superior al 0,004 %at e inferior al 0,26 %at.

TABLA 4 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	Hcj kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH)max kJ/m ³ (MGOe)	BHH
1	1,284(12,84)	750(9,43)	78,43	289(36,34)	45,77
2	1,422(14,22)	1328(16,71)	96,74	375(47,23)	63,94
3	1,416(14,16)	1370(17,23)	98,96	372(46,78)	64,01
4	1,412(14,12)	1403(17,65)	99,93	370(46,57)	64,22
5	1,406(14,06)	1414(17,79)	99,95	372(46,76)	64,55
6	1,401(14,01)	1396(17,56)	98,84	367(46,14)	63,7
7	1,316(13,16)	1056(13,28)	94,56	317(39,86)	53,14

A través del proceso 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 de 0,1 ~ 0,5 %at, 0,3 %at y 0,1 %at.

Podemos extraer una conclusión de que, en la presente invención, cuando el contenido de W en el imán es inferior a 0,0005 %at, el efecto de fijación es apenas efectivo ya que el contenido de W es demasiado bajo, y la existencia de Cu en la materia prima puede causar AGG fácilmente, y reduce SQ y Hcj, por el contrario, cuando el contenido de W excede de 0,03 %at, se puede generar una parte de la fase WB₂, que reduce la perpendicularidad y la propiedad magnética, adicionalmente, la fase amorfa y la fase isotrópica se pueden generar en la aleación de temple obtenida y que reduce bruscamente la propiedad magnética.

La detección del compuesto de Cu, Nd y W de la aleación de temple fabricada según la realización 3 con FE-EPMA (Micro-analizador de sonda electrónica de emisión de campo) [Japanese electronic kabushiki kaisha (JEOL), 8530F], los resultados se muestran en la figura 3, que se puede observar que, W se distribuye con una alta dispersión y realiza

un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano, y se evita la formación de AGG.

De forma similar, la detección de las realizaciones 2, 4, 5 y 6 con FE-EPMA, que también se puede observar que, W realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano con una alta dispersión, y se evita la formación de AGG.

Realización II

Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd, Pr y Tb respectivamente con 99,9 % de pureza, B con 99,9 % de pureza, Fe con 99,9 % de pureza, W con 99,999 % de pureza y Cu y Al, respectivamente, con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico %at.

Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Nd, Pr, Tb, Fe, B, Al y Cu utilizado en la realización está bajo el límite de detección de los dispositivos existentes, la fuente de W es de un W metal adicional añadido.

El contenido de cada elemento se muestra en la TABLA 5 (las muestras N.º 1 y 8 están fuera del alcance de la invención):

TABLA 5 División de cada elemento (%at)

N.º	Nd	Pr	Tb	B	W	Al	Cu	Fe
1	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	0,03	resto
2	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	0,05	resto
3	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	0,1	resto
4	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	0,3	resto
5	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	0,5	resto
6	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	0,8	resto
7	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	1,2	resto
8	9,7	3	0,3	5	0,01	0,4	1,5	resto

Preparar 100 kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia por pesada respectiva según la TABLA 5.

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

Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance los 30000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica tratando la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y luego enfriarse a temperatura ambiente.

La detección de las láminas de aleación de temple de las realizaciones 2 ~ 7 con FE-EPMA, la región rica en W se distribuye en el límite de grano cristalino con una dispersidad uniforme, y ocupa al menos el 50 % en volumen del límite de grano cristalino de la aleación, en donde, la región rica en W significa una región con contenido de W por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con una pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,1 MPa, después de colocarse la aleación durante 125 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, luego enfriarse, y sacarse el polvo tratado después del proceso decrepitación de hidrógeno.

Proceso de trituración fina: realizar molienda por chorro a una muestra en la sala de trituración a una presión de 0,41 MPa y en atmósfera de gas oxidante por debajo de 100 ppm, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 4,30 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.

Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,25 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.

Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo añadido con caprilato de metilo de una 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 29,4 MPa (0,3 ton/cm²), luego desmagnetizando el cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.

El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) bajo una presión de 98 MPa (1,0 t/cm²).

5 Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en primer lugar en un vacío de 10⁻³Pa y se mantiene respectivamente durante 3 horas a 200 °C y durante 3 horas a 800 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1020 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.

10 Proceso de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante 1 hora a 620 °C en atmósfera de gas Ar de alta pureza, luego enfriarse a temperatura ambiente y se saca.

Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 15 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

15 Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 8, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de la evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 6 y la TABLA (en ambas tablas las muestras N.º 1 y 8 están fuera del alcance de la invención).

20 TABLA 6 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	Cantidad media de W en el límite del grano (%at)	Relación de la fase rica			fase amorfa	fase isotrópica	número de AGG
		en W en el imán (% en volumen)	Fase WB2				
1	0,090	10,0	no	sí	sí	14	
2	0,088	10,1	no	no	no	2	
3	0,092	10,0	no	no	no	1	
4	0,092	9,98	no	no	no	0	
5	0,091	9,95	no	no	no	0	
6	0,093	10,0	no	no	no	0	
7	0,092	10,2	no	no	no	1	
8	0,090	10,0	no	sí	sí	5	

La fase amorfa y la fase isotrópica de la TABLA 6 investigan la fase amorfa y la fase isotrópica de la aleación.

La fase rica en W de la TABLA 6 es una región con un contenido de W superior al 0,004 %at e inferior al 0,26 %at.

25

TABLA 7 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	Hcj kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH) _{max} kJ/m ³ (MGOe)	BHH
1	1,414(14,14)	1140(14,34)	89,56	360(45,32)	59,66
2	1,434(14,34)	1484(18,67)	98,02	384(48,26)	66,93
3	1,423(14,23)	1529(19,23)	98,45	380(47,74)	66,97
4	1,417(14,17)	1592(20,03)	99,56	374(47,28)	67,31
5	1,406(14,06)	1620(20,38)	99,67	372(46,76)	67,14
6	1,402(14,02)	1644(20,68)	99,78	369(46,46)	67,14
7	1,401(14,01)	1608(20,23)	99,71	368(46,32)	66,55
8	1,359(13,59)	1332(16,76)	94,23	343(43,12)	59,88

30

A través del proceso 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 de 0,1 ~ 0,5 %at, 0,4 %at y 0,2 %at.

35

Podemos extraer una conclusión de que, cuando el contenido de Cu es inferior 0,05 %at, la dependencia de la temperatura de tratamiento térmico de la coercitividad puede aumentarse y la propiedad magnética se reduce, por el contrario, cuando el contenido de Cu supera 1,2 %at, la cantidad generadora de AGG puede incrementarse como consecuencia del fenómeno de bajo punto de fusión de Cu, incluso el efecto de fijación de W apenas puede impedir la generación en masa de AGG, que indica que existe un intervalo apropiado de Cu y W en el imán con bajo contenido de oxígeno.

40

De forma similar, la detección de las realizaciones 2 ~ 7 con FE-EPMA [kaisha kabushiki electrónica japonesa (JEOL), 8530F], que también se puede observar que, W realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del

grano con una alta dispersión, y se evita la formación de AGG.

Realización III

5 Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd con 99,5 % de pureza, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, Cu con 99,5 % de pureza y W con 99,999 % de pureza; contándose en porcentaje atómico %at.

10 Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Nd, Fe, B, Cu y Co utilizados en la realización están bajo el límite de detección de los dispositivos existentes, la fuente de W es de un W metal adicional añadido.

Los contenidos de cada elemento se muestran en la TABLA 8:

15

TABLA 8 División de cada elemento (%at)					
Nd	B	W	Cu	Co	Fe
15	6	0,02	0,2	0,3	resto

Preparar 700 Kg de materia prima por pesada según la TABLA 8.

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

25 Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance los 50000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica tratando la aleación de temple a 600 °C durante 60 minutos, y luego enfriarse a temperatura ambiente.

30 Detectar las láminas de aleación de temple de las realizaciones 2, 3, 4, 5 y 6 con FE-EPMA, la región rica en W se distribuye en el límite de grano cristalino con una dispersidad uniforme, y ocupa al menos el 50 % en volumen del límite de grano cristalino de la aleación, en donde, la región rica en W significa una región con contenido de W por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

35 Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con una pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,1 MPa, después de colocarse la aleación durante 97 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, luego enfriarse, y sacarse el polvo tratado después del proceso decrepitación de hidrógeno.

40 Proceso de trituración fina: dividir el polvo tratado después del proceso de decrepitación de hidrógeno en 7 partes, realizar molienda por chorro a cada parte del polvo en la sala de trituración a una presión de 0,42 MPa y en atmósfera de 10 ~ 3000 ppm de gas oxidante, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 4,51 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.

45 Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,1 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.

50 Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo añadido con caprilato de metilo de una vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y a una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 t/cm²), luego desmagnetizando el cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.

55 El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) a una presión de 137,2 MPa (1,4 t/cm²).

60 Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en primer lugar en un vacío de 10^{-3} Pa y se mantiene respectivamente durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 700 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1020 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.

Proceso de tratamiento térmico: en la atmósfera de gas Ar de alta pureza, realizar un recocido de primer orden para el imán sinterizado durante 1 hora a 900 °C, luego realizar un recocido de segundo orden durante 1 hora a 500 °C, enfriarse a temperatura ambiente y se saca.

Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 15 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

5 Determinación de desmagnetización térmica: colocar en primer lugar el imán sinterizado en un entorno de 150 °C y preservación térmica durante 30 minutos, luego enfriar el imán sinterizado a temperatura ambiente por naturaleza, ensayar el flujo magnético del imán sinterizado, comparar el resultado de ensayo con los datos de ensayo antes del calentamiento, y calcular las tasas de retención del flujo magnético antes del calentamiento y después del calentamiento.

10 Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 7, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 9 y la TABLA 10.

TABLA 9 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	contenido de O ₂ del gas del proceso de trituración fina (ppm)	contenido de H ₂ O del gas del proceso de trituración fina (ppm)	cantidad media de W en el límite del grano (%at)	relación de la fase rica en W del imán (% en volumen)	Fase WB2	Número de AGG	contenido de O en el imán (%at)
1	5	5	0,188	10,0	no	9	0,08
2	28	22	0,180	10,1	no	1	0,1
3	52	42	0,185	10,1	no	0	0,3
4	261	86	0,190	10,2	no	0	0,5
5	350	150	0,185	10,0	no	0	0,8
6	1000	250	0,186	10,0	no	1	1
7	2000	1000	0,180	10,1	no	5	1,2

15 La fase rica en W de la TABLA 9 es una región por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

TABLA 10 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	H _{cj} kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH)max kJ/m ³ (MGOe)	BHH	tasa de retención de flujo magnético (%)
1	1,237(12,37)	677(8,52)	79,5	227(28,56)	37,08	46,8
2	1,324(13,24)	1177(14,8)	98,1	328(41,26)	56,06	0,8
3	1,325(13,25)	1200(15,1)	99,67	329(41,43)	56,53	0,9
4	1,327(13,27)	1304(16,4)	99,78	331(41,67)	58,07	0,9
5	1,331(13,31)	1336(16,8)	99,85	333(41,87)	58,67	12,7
6	1,324(13,24)	1256(15,8)	98,25	328(41,23)	57,03	13,8
7	1,304(13,04)	1073(13,5)	82,45	306(38,45)	51,95	18,3

20 A través del proceso de fabricación, se presta especial atención al control de los contenidos de C y N, y los contenidos de los dos elementos C y N se controlan respectivamente por debajo de 0,2 %at y 0,25 %at.

25 Podemos extraer una conclusión de que, incluso existe una cantidad apropiada de W y Cu, cuando el contenido de O del imán está por debajo de 0,1 %at y excede el límite del efecto de fijación de W, el estado de AGG puede ocurrir fácilmente, y por tanto, el fenómeno de AGG todavía ocurre y reduce considerablemente la propiedad magnética. Por el contrario, incluso existe una cantidad apropiada de W y Cu, cuando el contenido de O del imán excede 0,1 %at, por consiguiente, la dispersión del contenido de oxígeno comienza a empeorar, y en el imán se genera un lugar con mucho oxígeno y el otro con poco oxígeno, la generación de AGG se incrementa como no uniforme, y que reduce la coercitividad y la perpendicularidad.

30 De forma similar, la detección de las realizaciones 2 ~ 6 con FE-EPMA [kaisha kabushiki electrónica japonesa (JEOL), 8530F], como resultado de detección, que también se puede observar que, W realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano con una alta dispersión, y se evita la formación de AGG.

Realización IV

35 Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd y Dy respectivamente con una pureza del 99,5 %, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, Cu y Al, respectivamente, con pureza de 99,5 % y W con pureza de 99,999 %; contándose en porcentaje atómico %at.

40 Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Nd, Dy, B, Al, Cu, Co y Fe utilizado en la realización está bajo el límite de detección de los dispositivos existentes, la fuente de W es de un W metal adicional

añadido.

Los contenidos se muestran en la TABLA 11:

5

TABLA 11 División de cada elemento (%at)

N.º	Nd	Dy	B	W	Al	Cu	Co	Fe
1	13,5	0,5	5	0,005	1	0,4	1,8	resto
2	13,5	0,5	5,5	0,005	1	0,4	1,8	resto
3	13,5	0,5	6,0	0,005	1	0,4	1,8	resto
4	13,5	0,5	6,5	0,005	1	0,4	1,8	resto
5	13,5	0,5	7,0	0,005	1	0,4	1,8	resto
6	13,5	0,5	7,5	0,005	1	0,4	1,8	resto
7	13,5	0,5	8,0	0,005	1	0,4	1,8	resto

Preparar 100 kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia por pesada respectiva según la TABLA 11.

10

Proceso de fusión: colocar la materia prima preparada en un crisol hecho de óxido de aluminio de una vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fusión por inducción al vacío de frecuencia intermedia en 10^{-2} Pa de vacío y por debajo de 1550 °C.

15

Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance 20000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica tratando la aleación de temple a 800 °C durante 10 minutos, y luego enfriarse a temperatura ambiente.

20

La detección de las láminas de aleación de temple de las realizaciones 1 ~ 7 con FE-EPMA, la región rica en W se distribuye en el límite de grano cristalino con una dispersidad uniforme, y ocupa al menos el 50 % en volumen del límite de grano cristalino de la aleación, en donde, la región rica en W significa una región con contenido de W por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

25

Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con una pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,1 MPa, después de colocarse la aleación durante 120 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 500 °C durante 2 horas, luego enfriarse, y sacarse el polvo tratado después del proceso decrepitación de hidrógeno.

30

Proceso de trituración fina: realizar molienda por chorro a una muestra en la sala de trituración a una presión de 0,6 MPa y en atmósfera con gas oxidante por debajo de 100 ppm, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 4,5 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.

35

Adoptar un clasificador para clasificar el polvo fino parcial (ocupa el 30 % del peso total del polvo fino) tratado después del proceso de trituración fina, retirar la partícula de polvo con un tamaño de partícula menor a 1,0 µm, luego mezclar el polvo fino clasificado y el polvo fino sin clasificar restante. El polvo con un tamaño de partícula inferior a 1,0 µm se reduce a menos del 2 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.

40

Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,2 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.

45

Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo añadido con caprilato de metilo de una vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y a una presión de compactación de 19,2 MPa (0,2 t/cm²), luego desmagnetizando el cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.

50

El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) bajo una presión de 98 MPa (1,0 t/cm²).

55

Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en un vacío de 10^{-3} Pa y se mantiene respectivamente durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 800 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1040 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.

Proceso de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante 1 hora a 400 °C en atmósfera de gas Ar de alta pureza, luego enfriarse a temperatura ambiente y se saca.

Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 15 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

- 5 Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 7, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 12 y la TABLA 13.

TABLA 12 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	Cantidad media de W en el límite del grano (%at)	Relación de la fase rica en W en el imán (% en volumen)	Fase WB2	fase amorfa	fase isotrópica	número de AGG
1	0,040	9,1	no	no	no	0
2	0,045	9,2	no	no	no	0
3	0,042	9,1	no	no	no	0
4	0,040	9,2	no	no	no	0
5	0,045	9,0	no	no	no	1
6	0,042	9,1	no	no	no	1
7	0,045	9,0	sí	sí	sí	2

- 10 La fase amorfa y la fase isotrópica de la TABLA 12 investigan la fase amorfa y la fase isotrópica de la aleación.

La fase rica en W de la TABLA 12 es una región por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

TABLA 13 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	Hcj kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH)max kJ/m³(MGOe)	BHH
1	1,385(13,85)	1407(17,7)	99,4	356(44,8)	62,5
2	1,374(13,74)	1391(17,5)	99,62	351(44,1)	61,6
3	1,362(13,62)	1447(18,2)	99,67	344(43,31)	61,51
4	1,35(13,5)	1415(17,8)	99,78	338(42,5)	60,3
5	1,34(13,4)	1320(16,6)	99,85	333(41,83)	58,43
6	1,326(13,26)	1320(16,6)	98,25	326(41,04)	57,64
7	1,314(13,14)	1320(16,6)	98,24	311(40,32)	56,92

- 15 A través del proceso 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 de 0,1 ~ 0,5 %at, 0,3 %at y 0,1 %at.

- 20 La detección de las realizaciones 1 ~ 7 con FE-EPMA (micro-analizador de sonda de emisión de electrones de campo) [kabushiki kaisha electrónica japonesa (JEOL), 8530F], que se puede observar que, W se distribuye con una alta dispersión y realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano, y se evita la formación de AGG.

- 25 Conclusión: mediante el análisis de FE-EPMA, cuando el contenido de B es superior a 6,5 %at, puede generarse una gran cantidad de $R(T,B)_2$ que comprende B en el límite de grano cristalino, y cuando el contenido de B es 5 %at ~ 6,5 %at, se genera una fase de tipo $R_6T_{13}X$ (X = Al, Cu, etc.) que comprende W, la generación de esta fase optimiza la coercitividad y la perpendicularidad y posee un magnetismo débil, W es beneficioso para la generación de fase tipo $R_6T_{13}X$ y mejora la estabilidad.

- 30 Realización V

Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd y Dy respectivamente con una pureza del 99,5 %, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con 99,9 % de pureza, Cu y Al, respectivamente, con pureza de 99,5 % y W con pureza de 99,999 %; contándose en porcentaje atómico %at.

- 35 Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Nd, Dy, B, Al, Cu, Co y Fe utilizado en la realización está bajo el límite de detección de los dispositivos existentes, la fuente de W es de un W metal adicional añadido.

- 40 Los contenidos de cada elemento se muestran en la TABLA 14:

TABLA 14 División de cada elemento (%at)

N.º	Nd	Dy	B	W	Al	Cu	Co	Fe
1	13,5	0,5	6,0	0,01	0,1	0,1	1,8	resto
2	13,5	0,5	6,0	0,01	0,2	0,1	1,8	resto
3	13,5	0,5	6,0	0,01	0,5	0,1	1,8	resto
4	13,5	0,5	6,0	0,01	0,8	0,1	1,8	resto
5	13,5	0,5	6,0	0,01	1,0	0,1	1,8	resto
6	13,5	0,5	6,0	0,01	1,5	0,1	1,8	resto
7	13,5	0,5	6,0	0,01	2,0	0,1	1,8	resto

Preparar 100 kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia por pesada respectiva según la TABLA 14.

- 5 Proceso de fusión: colocar la materia prima preparada en un crisol hecho de óxido de aluminio de una vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fusión por inducción al vacío de frecuencia intermedia en 10^{-2} Pa de vacío y por debajo de 1500 °C.
- 10 Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance los 50000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica de la aleación de temple a 700 °C durante 5 minutos, y luego enfriar a temperatura ambiente.
- 15 Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con una pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,1 MPa, después de colocarse la aleación durante 120 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar el bombeo al vacío a 600 °C durante 2 horas, luego enfriarse, y sacarse el polvo tratado después del proceso de decrepitación de hidrógeno.
- 20 Proceso de trituración fina: realizar molienda por chorro a una muestra en la sala de trituración a una presión de 0,5 MPa y en atmósfera por debajo de 100 ppm de gas oxidante, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 5,0 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.
- 25 El tamizado parcial de polvo fino que se trata después del proceso de trituración fina (ocupa el 30 % del total de polvo fino en peso), luego mezclar el polvo fino tamizado y el polvo fino no tamizado. El polvo que tiene un tamaño de partícula inferior a 1,0 µm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen en el polvo fino mezclado.
- 30 Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,2 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.
- 35 Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo añadido con caprilato de metilo de una vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y a una presión de compactación de 19,6 MPa (0,2 t/cm²), luego desmagnetizando el cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.
- 40 El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) bajo una presión de 98 MPa (1,0 t/cm²).
- 40 Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en primer lugar en un vacío de 10^{-3} Pa y se mantiene respectivamente durante 2 horas a 200 °C y durante 2 horas a 800 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1060 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.
- 45 Proceso de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante 1 hora a 420 °C en atmósfera de gas Ar de alta pureza, luego enfriarse a temperatura ambiente y se saca.
- 50 Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 15 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.
- 50 Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 7, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 15.

TABLA 15 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	Cantidad media de W en la fase de límite de grano (%at)	Relación de la fase			fase amorfa	fase isotrópica	número de AGG
		rica en W en el imán (% en volumen)	Fase WB2				
1	0,091	10,1	no	no	no	2	
2	0,090	10,1	no	no	no	1	
3	0,090	10,0	no	no	no	0	
4	0,090	10,0	no	no	no	0	
5	0,093	10,0	no	no	no	0	
6	0,091	10,0	no	no	no	1	
7	0,095	10,0	sí	sí	sí	2	

La fase amorfa y la fase isotrópica de la TABLA 15 investigan la fase amorfa y la fase isotrópica de la aleación.

- 5 La fase rica en W de la TABLA 15 es una región por encima del 0,004 %at y por debajo del 0,26 %at.

TABLA 16 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	Hcj kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH)max kJ/m ³ (MGOe)	BHH
1	1,402(14,02)	1129(14,2)	98,2	363(45,67)	59,87
2	1,391(13,91)	1169(14,7)	98,1	359(45,17)	59,87
3	1,379(13,79)	1224(15,4)	99,67	353(44,37)	59,77
4	1,367(13,67)	1383(17,4)	99,78	347(43,63)	61,03
5	1,36(13,6)	1423(17,9)	99,85	343(43,15)	61,05
6	1,341(13,41)	1526(19,2)	98,25	333(41,89)	61,09
7	1,32(13,2)	1622(20,4)	82,45	324(40,7)	61,1

- 10 A través del proceso 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 de 0,1 ~ 0,5 %at, 0,3 %at y 0,1 %at.

- 15 La detección de las realizaciones 1 ~ 7 con FE-EPMA (micro-analizador de sonda de emisión de electrones de campo) [kabushiki kaisha electrónica japonesa (JEOL), 8530F], que se puede observar que, W se distribuye con una alta dispersión y realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano, y se evita la formación de AGG.

- 20 Conclusión: mediante el análisis de FE-EPMA, cuando el contenido de Al es 0,8 ~ 2,0 %at, se genera una fase de tipo R₆T₁₃X (X = Al, Cu, etc.) que comprende W, la generación de esta fase optimiza la coercitividad y la perpendicularidad y posee un magnetismo débil, W es beneficioso para la generación de fase tipo R₆T₁₃X y mejora la estabilidad.

Realización VI

- 25 Mecanizar respectivamente cada grupo de imán sinterizado fabricado según la Realización I a un imán con un diámetro de 15 mm y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

- 30 Proceso de tratamiento de difusión de límite de grano: limpiar el imán mecanizado en cada uno de los cuerpos sinterizados, adoptar una materia prima preparada por óxido de Dy y fluoruro de Tb en una proporción de 3:1, pulverizar completamente y revestir la materia prima en el imán, secar el imán revestida, realizar tratamiento de difusión térmica en atmósfera de Ar a 850 °C durante 24 horas.

- 35 Proceso de evaluación de propiedad magnética: ensayar el imán sinterizado con tratamiento de difusión de Dy por el sistema de ensayo no destructivo tipo NIM-10000H para el imán permanente de tierra rara grande BH de la Universidad de Jiliang en China. Los resultados se muestran en la TABLA 17:

TABLA 17 Evaluación de coercitividad de las realizaciones

N.º	Hcj kA/m(kOe)
1	1367(17,20)
2	2005(25,22)
3	2117(26,63)
4	2108(26,52)

(continuación)

N.º	Hcj kA/m(kOe)
5	2092(26,32)
6	2083(26,20)
7	1513(19,02)

5 Puede verse en la TABLA 17, una cantidad menor de W de la presente invención puede generar una cantidad muy pequeña de cristal W en el límite de grano cristalino, y puede no obstaculizar la difusión de RH, por tanto la velocidad de difusión es muy rápida. Además, se forma la fase rica en Nd con bajo punto de fusión al comprender una cantidad apropiada de Cu, que puede además realizar el efecto de promover la difusión. Por tanto, el imán de la presente invención es capaz de obtener una propiedad extremadamente alta y un enorme salto por la difusión del límite del grano RH.

10 Realización VII

Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd, Dy y Tb respectivamente con 99,9 % de pureza, B con 99,9 % de pureza, Fe con 99,9 % de pureza, y Cu, Co, Nb, Al y Ga respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico %at.

15 Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Dy, Tb, Fe, B, Cu, Co, Nb, Al y Ga utilizado en la realización está bajo el límite de los dispositivos existentes, el Nd seleccionado comprende además W, el contenido del elemento W es 0,01 %at.

20 Los contenidos de cada elemento se muestran en la TABLA 18:

TABLA 18 División de cada elemento (%at)

N.º	Nd	Dy	Tb	B	Cu	Co	Nb	Al	Ga	Fe
1	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,02	resto
2	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,05	resto
3	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,12	resto
4	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,25	resto
5	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,3	resto
6	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,5	resto
7	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	0,8	resto
8	13,7	0,6	0,2	6,0	0,2	1,7	0,1	1,0	1,0	resto

25 Preparar 100 kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia por pesada respectiva según la TABLA 18.

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

30 Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance 35000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica tratando la aleación de temple a 550 °C durante 10 minutos, y luego enfriarse a temperatura ambiente.

35 Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con una pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,085 MPa, después de colocarse la aleación durante 160 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar bombeo al vacío a 520 °C, luego enfriarse y sacarse el polvo tratado después del proceso de decrepitación de hidrógeno.

40 Proceso de trituración fina: realizar molienda por chorro a una muestra en la sala de trituración bajo una presión de 0,42 MPa y en la atmósfera con gas oxidante por debajo de 10 ppm, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 4,28 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.

45 Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,25 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.

50 Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo añadido con caprilato de metilo de una 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 29,4 MPa (0,3 ton/cm²), luego desmagnetizando el

cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.

El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) bajo una presión de 98 MPa (1,0 t/cm²).

Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en primer lugar en un vacío de 10⁻³Pa y se mantiene respectivamente durante 3 horas a 300 °C y durante 3 horas a 800 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1030 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.

Proceso de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante 1 hora a 600 °C en atmósfera de gas Ar de alta pureza, luego enfriarse a temperatura ambiente y se saca.

Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 10 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 8, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 19 y la TABLA 20.

TABLA 19 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	Cantidad media de W en el límite del grano (%at)	Relación de la fase rica en W en el imán (% en volumen)			fase amorfa	fase isotrópica	número de AGG
		W en el imán (% en volumen)	fase wb ₂	fase amorfa			
1	0,088	10,0	no	no	no	8	
2	0,089	10,1	no	no	no	1	
3	0,090	10,0	no	no	no	0	
4	0,093	10,01	no	no	no	0	
5	0,092	9,98	no	no	no	0	
6	0,090	9,99	no	no	no	1	
7	0,090	10,1	no	no	no	1	
8	0,089	10,0	no	sí	sí	1	

La fase amorfa y la fase isotrópica de la TABLA 19 investigan la fase amorfa y la fase isotrópica de la aleación.

La fase rica en W de la TABLA 19 es una región con un contenido de W superior al 0,004 %at e inferior al 0,26 %at.

TABLA 20 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	H _{cj} kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH) _{max} kJ/m ³ (MGOe)	BHH
1	1,295(12,95)	1394(17,54)	91,24	327(41,08)	58,62
2	1,301(13,01)	1469(18,48)	98,00	330(41,47)	59,95
3	1,330(13,30)	1606(20,20)	99,10	345(43,34)	63,54
4	1,325(13,25)	1673(21,05)	99,07	342(43,01)	64,06
5	1,328(13,28)	1602(20,15)	98,87	344(43,21)	63,16
6	1,320(13,20)	1574(19,80)	99,01	340(42,69)	62,49
7	1,310(13,10)	1574(19,80)	99,21	334(42,04)	61,84
8	1,285(12,85)	1511(19,00)	95,13	322(40,46)	59,46

A través del proceso 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 de 0,1 ~ 0,5 %at, 0,4 %at y 0,2 %at.

Podemos extraer una conclusión de que, cuando el contenido de Ga es inferior a 0,05 %, la dependencia de la temperatura de tratamiento térmico de la coercitividad puede aumentar, y la propiedad magnética se reduce, por el contrario, cuando el contenido de Ga excede 0,8 %at, que induce la disminución de Br y (BH)_{max}, ya que Ga es un elemento no magnético.

De forma similar, la detección de las realizaciones 1 ~ 8 con FE-EPMA [kaisha kabushiki electrónica japonesa (JEOL), 8530F], que también se puede observar que, W realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano con una alta dispersión, y se evita la formación de AGG.

Realización VIII

5 Proceso de preparación de materia prima: preparar Nd, Dy, Gd y Tb, respectivamente, con 99,9 % de pureza, B con 99,9 % de pureza, y Cu, Co, Nb, Al y Ga respectivamente con 99,5 % de pureza; contándose en porcentaje atómico %at. Los contenidos de cada elemento se muestran en la TABLA 5.

10 Para controlar con precisión el uso de división de W, el contenido de W del Dy, Gd, Tb, Fe, B, Cu, Co, Nb, Al y Ga utilizado en la realización está bajo el límite de detección de los dispositivos existentes, el Nd seleccionado comprende además W, el contenido del elemento W es 0,01 %at.

Los contenidos de cada elemento se muestran en la TABLA 21:

TABLA 21 División de cada elemento (%at)

N.º	Nd	Dy	Gd	Tb	B	Cu	Co	Nb	Al	Ga	Fe
1	12,1	1	0,4	0,8	6,0	0,2	1,1	0,07	1,2	0,1	resto
2	12,1	1	0,4	0,8	6,0	0,2	1,1	0,11	1,2	0,1	resto
3	12,1	1	0,4	0,8	6,0	0,2	1,1	0,14	1,2	0,1	resto
4	12,1	1	0,4	0,8	6,0	0,2	1,1	0,20	1,2	0,1	resto
5	12,1	1	0,4	0,8	6,0	0,2	1,1	0,25	1,2	0,1	resto

15 Preparar 100 kg de materia prima de cada grupo de número de secuencia por pesada respectiva según la TABLA 21.

20 Proceso de fusión: colocar la materia prima preparada en un crisol hecho de óxido de aluminio de una vez, realizar una fusión al vacío en un horno de fusión por inducción al vacío de frecuencia intermedia en 10^{-2} Pa de vacío y por debajo de 1450 °C.

25 Proceso de colada: después del proceso de fusión al vacío, llenar gas Ar en el horno de fusión para que la presión de Ar alcance 45000 Pa, luego obtener una aleación de temple por colada mediante un método de temple de rodillo individual a una velocidad de temple de 10^2 °C/s ~ 10^4 °C/s, conservación térmica tratando la aleación de temple a 800 °C durante 5 minutos, y luego enfriarse a temperatura ambiente.

30 Proceso de decrepitación de hidrógeno: a temperatura ambiente, bombear al vacío del horno de decrepitación de hidrógeno colocado con la aleación, luego llenar hidrógeno con una pureza de 99,5 % en el horno hasta que la presión alcance 0,09 MPa, después de colocarse la aleación durante 150 minutos, bombear al vacío y calentar al mismo tiempo, realizar bombeo al vacío a 600 °C, luego enfriarse y sacarse el polvo tratado después del proceso de decrepitación de hidrógeno.

35 Proceso de trituración fina: realizar molienda por chorro a una muestra en la sala de trituración a una presión de 0,5 MPa y en atmósfera con gas oxidante por debajo de 30 ppm de, obteniendo luego un tamaño de partícula medio de 4,1 µm de polvo fino. El gas oxidante significa oxígeno o agua.

Se añade caprilato de metilo al polvo tratado después de la molienda por chorro, la cantidad de aditivo es 0,05 % del polvo mezclado en peso, además, la mezcla se mezcla exhaustivamente mediante un mezclador de tipo V.

40 Proceso de compactación bajo un campo magnético: usándose un moldeador de campo magnético de tipo transversal, compactar el polvo agregado con estearato de aluminio de una vez para formar un cubo con lados de 25 mm en un campo de orientación de 1,8 T y a una presión de compactación de 29,4 MPa (0,3 t/cm²), luego desmagnetizando el cubo de formación única en un campo magnético de 0,2 T.

45 El compacto de formación única se sella para no exponerse al aire, el compacto se compacta en segundo lugar por una máquina compacta secundaria (máquina de compactación de presión isostática) bajo una presión de 98 MPa (1,0 t/cm²).

50 Proceso de sinterización: mover cada uno de los compactos al horno de sinterización, sinterizar en primer lugar en un vacío de 10^{-3} Pa y se mantiene respectivamente durante 3 horas a 200 °C y durante 3 horas a 800 °C, luego sinterizar durante 2 horas a 1050 °C, después de llenar el gas Ar en el horno de sinterización para que la presión de Ar alcance 0,1 MPa, luego enfriarse a temperatura ambiente.

55 Proceso de tratamiento térmico: recocer el imán sinterizado durante 2 hora a 480 °C en atmósfera de gas Ar de alta pureza, luego enfriarse a temperatura ambiente y se saca.

Proceso de mecanizado: mecanizar el imán sinterizado después del tratamiento térmico como un imán con 10 mm de diámetro y 5 mm de espesor, siendo la dirección de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

60 Ensayar directamente el imán sinterizado fabricado según las realizaciones 1 ~ 5, y se evalúa la propiedad magnética. Los resultados de evaluación de los imanes de las realizaciones se muestran en la TABLA 22 y la TABLA 23.

TABLA 22 Evaluación de la microestructura de las realizaciones

N.º	Cantidad media de W en el límite del grano (%at)	Relación de la fase rica en W en el imán (% en volumen)	Fase WB2	fase amorfa	fase isotrópica	número de AGG
1	0,089	9,99	no	no	no	1
2	0,088	9,98	no	no	no	0
3	0,091	10,0	no	no	no	0
4	0,093	10,01	no	no	no	0
5	0,092	10,02	no	sí	sí	0

La fase amorfa y la fase isotrópica de la TABLA 23 investigan la fase amorfa y la fase isotrópica de la aleación.

- 5 La fase rica en W de la TABLA 23 es una región con un contenido de W superior al 0,004 %at e inferior al 0,26 %at.

TABLA 23 Evaluación de las propiedades magnéticas de las realizaciones

N.º	Br T(kGs)	Hcj kA/m(kOe)	SQ (%)	(BH)max kJ/m ³ (MGOe)	BHH
1	1,230(12,30)	1813(22,8)	95,16	296(37,2)	60,0
2	1,228(12,28)	1821(22,9)	95,57	293(36,8)	59,7
3	1,224(12,24)	1900(23,9)	99,30	289(36,4)	60,3
4	1,222(12,22)	1892(23,8)	99,01	289(36,4)	60,2
5	1,175(11,75)	1463(18,4)	85,25	268(33,7)	52,0

- 10 A través del proceso 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 de 0,1 ~ 0,5 %at, 0,4 %at y 0,2 %at.

- 15 Podemos extraer una conclusión de que, cuando el contenido de Nb es superior a 0,2 %at, las fases amorfas se observan en la lámina de aleación de temple a medida que aumenta el contenido de Nb, y Br y Hcj se reducen a medida que aumenta la existencia de fases amorfas.

- 20 Que es la misma situación que agregar Nb, por los experimentos, el solicitante descubrió que el contenido de Zr también debería controlarse por debajo de 0,2 %at.

- De forma similar, la detección de las realizaciones 1 ~ 5 con FE-EPMA [kaisha kabushiki electrónica japonesa (JEOL), 8530F], como los resultados de detección, que se puede observar que, W realiza un efecto de fijación uniforme a la migración del límite del grano con una alta dispersión, y se evita la formación de AGG.

- 25 Aplicabilidad industrial

- 30 El contenido de W contenido en la presente invención es muy pequeño y uniformemente disperso, que es capaz de promover la formación de R₆T₁₃X (X = Al, Cu, y Ga, etc.), prevenir eficazmente la generación de crecimiento anormal de grano (AGG), aumentar Br y (BH) max, lograr un efecto de mejora significativo, y prevenir el deterioro del mecanizado de la fase de boruro metálico con alto punto de fusión y gran tamaño de grano, que tiene una aplicabilidad industrial favorable.

REIVINDICACIONES

1. Un imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W, el imán sinterizado comprende una fase principal de tipo $R_2Fe_{14}B$, siendo la R al menos un elemento de tierra rara que comprende Nd o Pr, caracterizado por que un límite de grano cristalino del imán de tierra rara comprende un área rica en W con un contenido de W superior a 0,004 %at e inferior a 0,26 %at, el área rica en W se distribuye con una dispersión uniforme en el límite de grano cristalino, y representa 5,0 % en volumen a 11,0 % en volumen del imán sinterizado; en donde en la materia prima del imán sinterizado, el contenido de W es 0,0005 %at a 0,03 %at, el contenido de Cu es de 0,05 %at a 1,2 %at; y en donde el contenido de O del imán sinterizado es 0,1 %at a 1,0 %at.
2. El imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W según la reivindicación 1, caracterizado por que, el imán está compuesto por la siguiente materia prima:
- 12 %at a 15,2 %at de R,
5 %at a 8 %at de B,
inferior a 5,0 %at de X, seleccionándose la X de al menos un elemento de Al, Si, Ga, Sn, Ge, Ag, Au, Bi, Mn, Nb, Zr o Cr, el contenido total de Nb y Zr es inferior a 0,20 %at cuando la X comprende Nb y/o Zr, siendo el resto 0 %at a 20 %at de Co, Fe e impurezas inevitables.
3. El imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W según la reivindicación 2, caracterizado por que, el contenido de X es inferior a 2,0 %at.
4. Un método para fabricar el imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W de la reivindicación 3, caracterizado por que, comprendiendo el método las siguientes etapas: un proceso de producción de una aleación para el imán sinterizado por colada de una materia prima fundida con la composición del imán sinterizado a una velocidad de temple de 10^2 °C/s a 10^4 °C/s; los procesos de producción de un polvo fino en primer lugar mediante trituración gruesa y, en segundo lugar, trituración fina de la aleación para el imán sinterizado; y obteniendo un compacto mediante un método de compactación por campo magnético, sinterización adicional del compacto al vacío o en gas inerte a una temperatura de 900 °C a 1100 °C para obtener el imán sinterizado.
5. El imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por que, el contenido de B del imán sinterizado es 5 %at a 6,5 %at.
6. El imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por que, el imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W tiene un contenido de Al de 0,8 %at a 2,0 %at.
7. El método de la reivindicación 4, caracterizado por que, la trituración gruesa comprende el proceso de decrepitación de hidrógeno de la aleación para que el imán sinterizado obtenga un polvo grueso; la trituración fina comprende el proceso de molienda por chorro del polvo grueso, comprende además un proceso para retirar al menos una parte del polvo con un tamaño de partícula inferior a 1,0 μm después de la trituración fina, de modo que el polvo que tiene un tamaño de partícula inferior a 1,0 μm se reduce a menos del 10 % del polvo total en volumen.
8. El método de la reivindicación 4, caracterizado por que, comprende además un proceso de tratamiento del imán sinterizado por difusión de límite de grano de HR, seleccionándose HR de al menos uno de Dy o Tb.
9. El método de la reivindicación 8, caracterizado por que, comprende además una etapa de tratamiento de envejecimiento: tratamiento de envejecimiento del imán sinterizado a una temperatura de 400 °C a 650 °C.
10. El imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por que, el contenido de O del imán sinterizado es 0,1 %at a 0,5 %at.
11. El imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por que, el imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W tiene un contenido de Ga de 0,05 %at a 0,8 %at.
12. Una aleación de temple para el imán sinterizado en serie de R-Fe-B-Cu que contiene W, caracterizada por que la aleación de temple comprende un área rica en W superior a 0,004 %at e inferior a 0,26 %at, el área rica en W se distribuye con una dispersión uniforme en un límite de grano cristalino, y representa al menos el 50 % en volumen del límite de grano cristalino; en donde en la materia prima del imán sinterizado, el contenido de W es 0,0005 %at a 0,03 %at, el contenido de Cu es de 0,05 %at a 1,2 %at; y en donde el contenido de O del imán sinterizado es 0,1 %at a 1,0 %at.

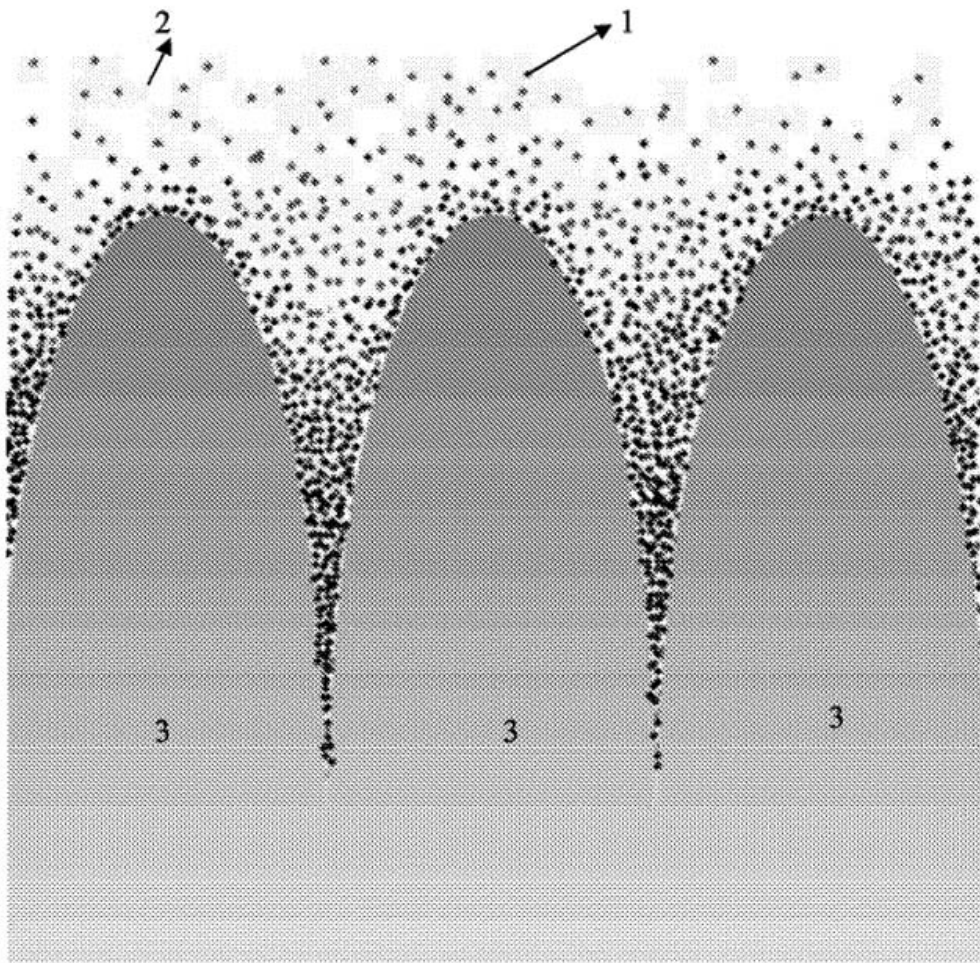


Figura 1

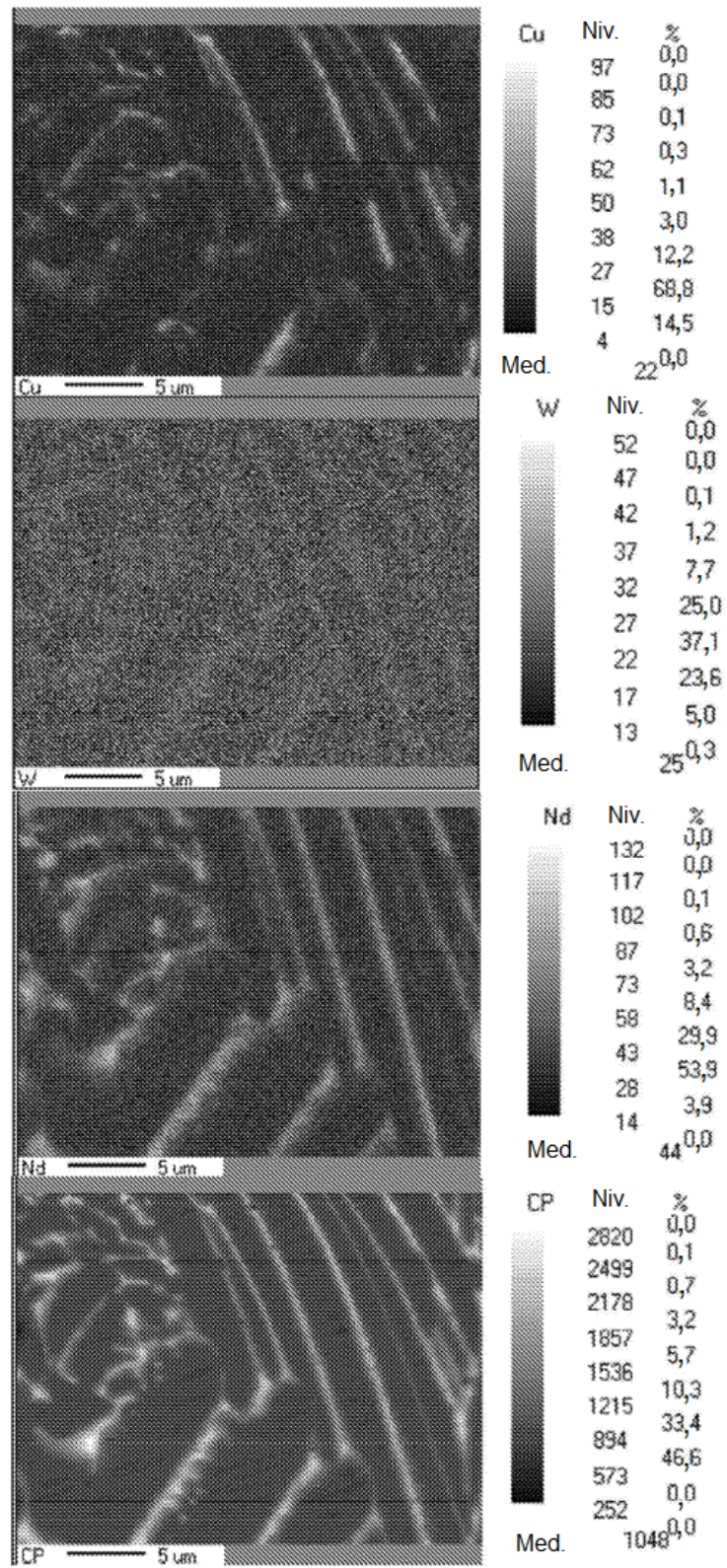


Figura 2

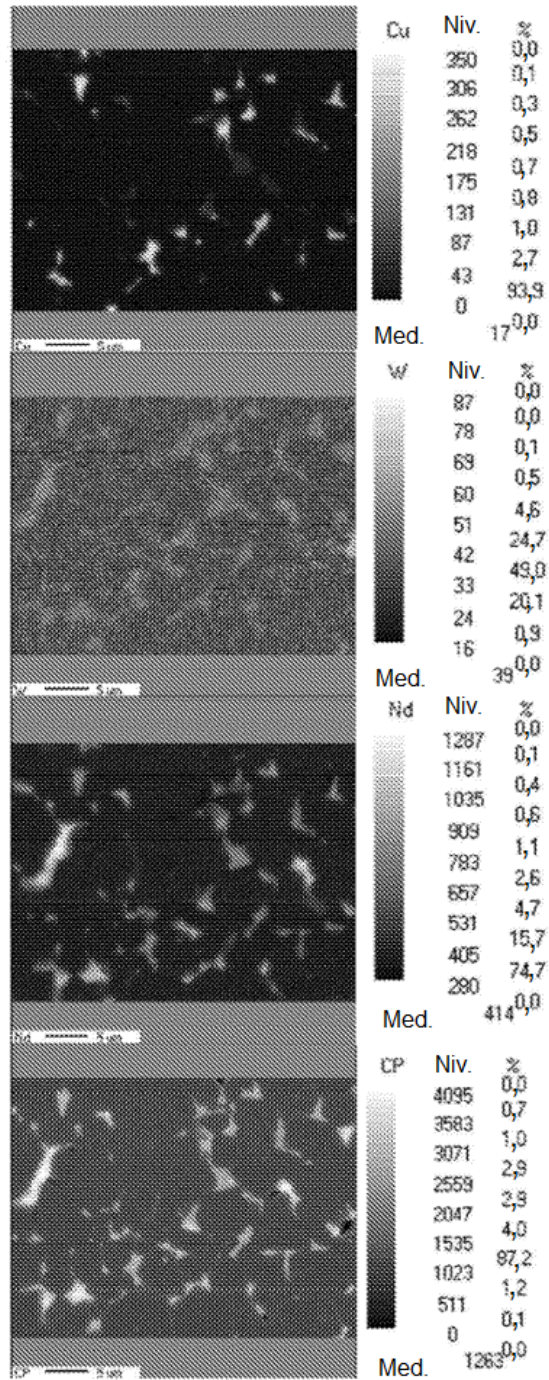


Figura 3