

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 807 755**

51 Int. Cl.:

H01F 1/057	(2006.01)
C22C 38/02	(2006.01)
B22F 9/04	(2006.01)
C22C 38/10	(2006.01)
C22C 38/12	(2006.01)
C22C 38/16	(2006.01)
C22C 38/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.09.2016 PCT/CN2016/099861**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.04.2017 WO17054674**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.09.2016 E 16850298 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.05.2020 EP 3343571**

54 Título: **Imán sinterizado de tierras raras de material compuesto de serie R-Fe-B que contiene Pr y W y método de fabricación del mismo**

30 Prioridad:

28.09.2015 CN 201510625876
18.09.2016 CN 201610827760

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.02.2021

73 Titular/es:

XIAMEN TUNGSTEN CO. LTD. (50.0%)
No.1005 Anling Road, Huli District
Xiamen, Fujian 361009, CN y
FUJIAN CHANGTING GOLDEN DRAGON RARE-EARTH CO., LTD (50.0%)

72 Inventor/es:

NAGATA, HIROSHI

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 807 755 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 tierras raras de material compuesto de serie R-Fe-B que contiene Pr y W y método de fabricación del mismo

5

Campo técnico

La presente invención se refiere al campo técnico de la fabricación de imanes y, en particular, a un imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W.

10

Antecedentes

Desde que se inventó el imán de Nd-Fe-B en 1983, Pr, como un elemento de sustitución que tiene básicamente las mismas propiedades que el Nd, ha atraído la atención. Sin embargo, la cantidad existente de Pr en la naturaleza es baja y tiene un precio comparativamente más alto. Además, la velocidad de oxidación del metal Pr es más rápida que la del metal Nd. Como resultado, la industria no reconoce el valor de Pr y la aplicación de Pr está restringida.

15

Después de entrar en la década de 1990, se avanzó en la utilización de una aleación de Pr-Nd (Didimio) porque se podían obtener materias primas de precio relativamente bajo cuando se usa Pr-Nd como material intermedio para el refinado. Sin embargo, la aplicación de la aleación Pr-Nd se limitó a dispositivos de formación de imágenes de resonancia magnética (IRM) para los que no se debe considerar la resistencia a la corrosión y hebillas magnéticas que requieren costes excepcionalmente bajos. En comparación con las materias primas de Nd puro, el uso de las materias primas de aleación Pr-Nd (Didimio) reduce la fuerza coercitiva, grado cuadrado y resistencia al calor de los imanes, que se ha convertido en conocimiento general común en la industria.

20

25

Entrando en la década de 2000, la aleación de Pr-Nd (Didimio) de bajo precio atrajo una gran atención porque el precio del metal Nd puro aumentó mucho. Para lograr el objetivo de bajo coste, se realizaron estudios para mejorar la pureza de la aleación Pr-Nd (Didimio) y resolver el problema del bajo rendimiento de los imanes que contienen Pr.

30

Alrededor de 2005, la aleación Pr-Nd (Didimio) se usó en China y se obtuvieron sustancialmente las mismas propiedades que los imanes que usan Nd puro.

Entrando en la década de 2010, el precio de los metales de tierras raras aumentó y la aleación Pr-Nd atrajo más atención debido a su bajo precio.

35

Ahora, los fabricantes de imanes en el mundo han comenzado a usar la aleación Pr-Nd, explorando aún más su pureza y desarrollando su gestión de calidad. Mientras que la aleación Pr-Nd ha alcanzado una alta pureza, también se ha mejorado el rendimiento y la resistencia a la corrosión de los imanes. La mejora en la resistencia a la corrosión proviene de los efectos generados a través de lo siguiente: la disminución de impurezas producidas por el proceso de separación y refinación, la disminución de restos de residuos minerales mixtos e impurezas de C producidas por el proceso de reducción de óxidos y fluoruros a metales.

40

La anisotropía magnetocristalina del compuesto $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ es aproximadamente 1,2 veces superior al compuesto $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Al usar la aleación Pr-Nd, la fuerza coercitiva y la resistencia al calor de los imanes posiblemente también mejoren.

45

Por un lado, desde el año 2000, se ha desarrollado la aplicación de un método de molienda fina uniforme que combina un proceso de colada por enfriamiento (llamado método de colada de bandas) y un tratamiento de decrepitación de hidrógeno, y se ha mejorado la fuerza coercitiva y la resistencia al calor de los imanes.

50

Por otro lado, el tratamiento hermético que previene la contaminación causada por el oxígeno en el aire, la aplicación más adecuada de lubricantes/antioxidantes y la disminución de la contaminación por C pueden mejorar aún más el rendimiento integral.

55

Actualmente, el solicitante se esfuerza por mejorar aún más los imanes sinterizados de Nd-Fe-B que contienen Pr. Como resultado, cuando se fabrican imanes con bajo contenido de oxígeno y bajo contenido de C utilizando la última aleación Pr-Nd y metal Pr puro, se produce pronto un problema del crecimiento de los granos de cristal, causando el crecimiento anormal de los granos sin mejorar la fuerza coercitiva y la resistencia al calor.

60

El documento de referencia CN 103093916 A divulga uno de los imanes sinterizados a base de elementos de tierras raras conocidos en la técnica. Los documentos de referencia EP 3128521 A1, US 2011/095855 A1 y US 2013/271248 A1 divulgan otros imanes sinterizados a base de elementos de tierras raras conocidos en la técnica.

Sumario

65

El propósito de la presente invención es superar los defectos de la técnica anterior y proporcionar un imán sinterizado

de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W, para resolver los problemas mencionados anteriormente presentes en la técnica anterior. Al permitir que una aleación de imán comprenda una cantidad traza de W, el problema de que los granos crecen anormalmente se resuelve y se obtienen imanes con una fuerza coercitiva y resistencia al calor mejoradas.

5 Se proporciona una solución técnica con un imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B según la reivindicación 1 y un método de fabricación del mismo según la reivindicación 10.

10 Varios elementos de tierras raras en minerales de tierras raras coexisten, y los costes en minería, separación y purificación son altos. Si el elemento Pr de tierras raras que es relativamente rico en minerales de tierras raras se puede usar con Nd común para fabricar el imán sinterizado de tierras raras a base de R-Fe-B, se puede reducir el coste del imán sinterizado de tierras raras; por otro lado, los recursos de tierras raras se pueden utilizar de manera integral.

15 Aunque Pr y Nd están en el mismo grupo de elementos de tierras raras, son diferentes en los siguientes puntos (como se ilustra en las figuras 1, 2, 3, 4 y 5, en donde la figura 1 es de un informe público, y las figuras 2, 3, 4 y 5 son todas del software de diagramas de fases de aleaciones binarias), y después de la colada, trituración, conformación, sinterización y tratamiento térmico de componentes de materia prima de un imán sinterizado de tierras raras que comprende Pr, se pueden obtener imanes sinterizados, que tienen diferencias de rendimiento de los imanes de R-Fe-B sin Pr añadido.

20 Después de que los componentes de materia prima del imán sinterizado de tierras raras comprenden Pr y W, surgen los siguientes cambios sutiles.

25 1. Las estructuras microscópicas de una aleación magnética cambian sutilmente.

Debido a que el punto de fusión de Pr es bajo, las estructuras de colada cambiarían. Asimismo, como la presión de vapor de Pr es inferior a la de Nd, los volátiles son menores durante la fundición y el enfriamiento después de la fundición, y el contacto térmico con un rodillo de cobre ha mejorado.

30 2. El rendimiento de la decrepitación del hidrógeno cambia sutilmente.

Cuando Nd se compara con Pr, la velocidad de composición del hidruro y el número de fases de hidruro son diferentes. Como resultado, la aleación rápidamente enfriada de Pr-Fe-B-W es más fácil de romper.

35 3. Se producen cambios sutiles durante la molienda.

40 Como resultado de 1 y 2, durante la molienda, una superficie de cristalización agrietada, la distribución de la fase de impurezas y similares cambian. Esto se debe a que el Pr es más activo que el Nd y reacciona preferentemente con oxígeno, carbono y similares. Como resultado, se obtiene polvo con mayor contenido de óxidos de Pr y carburos de Pr en un límite de grano.

45 4. Se producen cambios sutiles durante la sinterización.

50 Como resultado de 1, 2 y 3, el polvo fino es diferente; y dado que los puntos de fusión de Nd y Pr son diferentes, temperatura a la cual ocurre la fase líquida durante la sinterización, la humedad de la superficie del cristal de la fase principal y similares cambian sutilmente, causando diferente rendimiento de sinterización. Además, debido a que los componentes de la fase límite del grano son diferentes, las estructuras de fase límite de grano de los imanes finalmente obtenidos también son diferentes, teniendo una gran influencia en la fuerza coercitiva, grado cuadrado y resistencia al calor de los imanes sinterizados a base de $R_2Fe_{14}B$ tienen una estructura en la cual la fuerza coercitiva es inducida por un mecanismo de nucleación.

55 La fuerza coercitiva del imán sinterizado de tierras raras a base de Pr-Fe-B está controlada por un campo de nucleación de un dominio de reversión de magnetización; el proceso de reversión de la magnetización no es uniforme, en donde la reversión de la magnetización se realiza a los granos gruesos en primer lugar, y a los granos finos en segundo lugar. Por lo tanto, para imanes que contienen Pr, agregando una cantidad extremadamente pequeña de W, el tamaño, la forma y el estado superficial de los granos se ajustan mediante el efecto de fijación de la cantidad de trazas de W; la dependencia de la temperatura de Pr se debilita y se mejora la resistencia al calor y el grado cuadrado de los imanes.

60 Debido a que Pr tiene una mayor dependencia de la temperatura que la de Nd, la presente invención intenta mejorar la resistencia al calor de los imanes que contienen Pr añadiendo una cantidad traza de W (0,0005 % en peso al 0,03 % en peso). Después de ser agregado, la cantidad traza de W se segrega hacia el límite del grano de cristal; en consecuencia, el imán a base de Pr-Fe-B-W o el imán a base de Pr-Nd-Fe-B-W es diferente del imán a base de Nd-Fe-B-W; Se puede obtener un mejor rendimiento del imán y, por lo tanto, se puede lograr la presente invención.

65 Cuando el imán a base de Pr-Fe-B-W o el imán a base de Pr-Nd-Fe-B-W se compara con el imán a base de Nd-Fe-B-W, el rendimiento del imán en Hcj, SQ y la resistencia al calor han mejorado.

Además, W, como elemento rígido, puede endurecer un límite de grano flexible, teniendo así una función de lubricación y logrando el efecto de mejorar el grado de orientación también.

5 Es necesario decir que la resistencia al calor de los imanes (resistencia a la desmagnetización térmica) es un fenómeno muy complejo. En los libros de texto, la resistencia al calor está en proporción inversa a la magnetización y está en proporción a la fuerza coercitiva.

10 Sin embargo, en realidad, desde el ángulo macroscópico, la fuerza coercitiva en el imán no es uniforme; y la fuerza coercitiva sobre la superficie del imán y dentro del imán no es uniforme, tampoco. Además, desde el ángulo microscópico, las estructuras microscópicas son diferentes. Estas situaciones en las que la distribución de la fuerza coercitiva no es uniforme están representadas por un grado cuadrado (SQ, por sus siglas en inglés) en la mayoría de las circunstancias.

15 Sin embargo, en el uso real, las causas de la desmagnetización térmica de los imanes son más complejas y no se pueden expresar completamente utilizando únicamente el índice SQ. SQ es un valor determinado obtenido aplicando por la fuerza un campo de desmagnetización en un proceso de determinación. Sin embargo, en la aplicación real, la desmagnetización térmica de los imanes es una situación de desmagnetización que no está causada por un campo magnético externo, pero principalmente está causada por un campo de desmagnetización producido por el imán mismo. El campo de desmagnetización producido por el imán en sí tiene una estrecha conexión con la forma y la estructura microscópica del imán. Por ejemplo, el imán con un grado cuadrado (SQ) leve también puede tener un buen rendimiento de desmagnetización térmica. Por lo tanto, como conclusión, en la presente invención, la desmagnetización térmica del imán se determina en el entorno de uso real, y no puede deducirse simplemente usando valores de H_{cj} y SQ.

25 Para la visión desde la fuente de W, como uno de los métodos de preparación de imanes sinterizados de tierras raras que se adoptan actualmente, se usa una celda electrolítica, en la que un crisol cilíndrico de grafito sirve como ánodo; una varilla de tungsteno (W) configurada en una línea axial del crisol de grafito sirve como cátodo; y un metal de tierras raras es recogido por un crisol de tungsteno en el fondo del crisol de grafito. Durante el proceso anterior de preparación del elemento de tierras raras (por ejemplo, Nd), inevitablemente se mezclaría una pequeña cantidad de W. En la práctica, otro metal como el molibdeno (Mo) con un alto punto de fusión también puede servir también como cátodo, y al recolectar un metal de tierras raras usando un crisol de molibdeno, se obtiene un elemento de tierras raras que no contiene W.

35 Por lo tanto, en la presente invención, W puede ser una impureza de una materia prima de metal (como un hierro puro, un metal de tierras raras o B); y la materia prima utilizada en la presente invención se selecciona en base al contenido de la impureza en la materia prima. En la práctica, también se puede seleccionar una materia prima que no contenga W, y se agrega una materia prima metálica de W como se describe en la presente invención. En pocas palabras, siempre que la materia prima del imán sinterizado de tierras raras comprenda la cantidad necesaria de W, la fuente de W no importa. La Tabla 1 muestra ejemplos del contenido del elemento W en metal Nd de diferentes áreas de producción y diferentes talleres.

Tabla 1 Contenido de elemento W en metal Nd de diferentes áreas de producción y diferentes talleres

Material prima de metal Nd	Pureza	Concentración de W (ppm)
A	2N5	0
B	2N5	1
C	2N5	11
D	2N5	28
E	2N5	89
F	2N5	150
G	2N5	251
*2N5 en la Tabla 1 representa el 99,5 %.		

45 En la presente divulgación, en general, la cantidad que varía del 28 % en peso al 33 % en peso para R y del 0,8 % en peso al 1,3 % en peso para B pertenece a las selecciones convencionales en la industria; por lo tanto, en implementaciones específicas, los intervalos de cantidades de R y B no se prueban ni verifican.

50 La cantidad de Pr es del 7 % en peso al 10 % en peso de los componentes de materia prima. R es un elemento de tierras raras que comprende al menos Nd y Pr.

55 La cantidad de oxígeno en el imán sinterizado de tierras raras es menos que o igual a 2000 ppm. Al completar todos los procesos de fabricación de un imán en un entorno con poco oxígeno, un imán sinterizado de tierras raras de bajo contenido de oxígeno con un contenido de oxígeno inferior o igual a 2000 ppm tiene muy buen rendimiento magnético; y la adición de la cantidad traza de W tiene un efecto muy significativo en la mejora de la H_{cj}, grado cuadrado y resistencia al calor del imán que contiene Pr de bajo contenido de oxígeno. Cabe señalar que el proceso para fabricar

el imán en un entorno con poco oxígeno pertenece a la tecnología convencional; y todas las realizaciones de la presente invención se implementan con el proceso para fabricar el imán en un entorno con poco oxígeno, que no se describen en detalle en el presente documento.

5 Además, durante el proceso de fabricación, una pequeña cantidad de C, N y otras impurezas se introducen inevitablemente. En los modos de implementación preferidos, la cantidad de C se controla preferiblemente para que sea menos que o igual al 0,2 % en peso, y más preferiblemente menos que o igual al 0,1 % en peso, y la cantidad de N se controla para que sea menos que o igual al 0,05 % en peso.

10 De acuerdo con la invención, la cantidad de oxígeno en el imán sinterizado de tierras raras es inferior a 1000 ppm. El grano de cristal del imán que contiene Pr con un contenido de oxígeno inferior a 1000 ppm crece anormalmente fácilmente. Como resultado, la H_{cj}, grado cuadrado y la resistencia al calor del imán se vuelve pobre. La adición de la cantidad traza de W tiene un efecto muy significativo en la mejora de la H_{cj}, grado cuadrado y resistencia al calor del imán que contiene Pr de bajo contenido de oxígeno.

15 En los modos de implementación recomendados, los componentes de materia prima comprenden además menos que o igual al 2,0 % en peso de al menos un elemento aditivo seleccionado de un grupo que consiste en Zr, V, Mo, Zn, Ga, Nb, Sn, Sb, Hf, Bi, Ni, Ti, Cr, Si, S y P, menos que o igual al 0,8 % en peso de Cu, menos que o igual al 0,8 % en peso de Al, y el balance de Fe.

20 En los modos de implementación recomendados, la aleación rápidamente enfriada se obtiene enfriando el líquido fundido de los componentes de la materia prima a una velocidad de enfriamiento más que o igual a 10² °C/s y menos que o igual a 10⁴ °C/s utilizando un método de colada de bandas, la etapa de molienda de la aleación rápidamente enfriada en polvo fino comprende la molienda gruesa y la molienda fina; la molienda gruesa es una etapa para realizar la disminución de hidrógeno en la aleación rápidamente enfriada para obtener polvo grueso, y la molienda fina es una etapa de molienda por chorro en el polvo grueso.

25 En los modos de implementación recomendados, el tamaño promedio de grano cristalino del imán sinterizado de tierras raras es de 2-8 micrómetros.

30 El efecto producido por la precipitación uniforme de W en el límite del grano de cristal es obviamente más sensible al imán con más límites del grano de cristal y un tamaño de grano cristalino más pequeño; y esta es una característica de un imán sinterizado a base de R que tiene un mecanismo de fuerza coercitiva inducida por nucleación.

35 Para el imán sinterizado a base de R con un tamaño de grano cristalino promedio de 2-8 micrómetros, después de la adición compuesta de Pr y W, a través del efecto de precipitación uniforme de la cantidad traza de W, la dependencia de la temperatura de Pr se debilita; la temperatura de Curie (T_c), anisotropía magnética, H_{cj} y el grado cuadrado se mejoran; y se mejoran la resistencia al calor y la desmagnetización térmica.

40 Es muy difícil fabricar imanes sinterizados que tengan estructuras diminutas con un tamaño de grano cristalino promedio inferior a 2 micrómetros. Esto se debe a que el polvo fino para fabricar el imán sinterizado a base de R tiene un tamaño de grano inferior a 2 micrómetros, que forma fácilmente una aglomeración y tiene una formabilidad pobre, causando una fuerte reducción en el grado de orientación y Br. Además, puesto que una densidad verde no se mejora completamente, una densidad de flujo magnético también se puede reducir drásticamente y el imán que tiene buena resistencia al calor no se puede fabricar.

45 Sin embargo, el número de límites de grano de cristal del imán sinterizado con un tamaño de grano cristalino promedio de más de 8 micrómetros es muy pequeño; y el efecto de mejorar la fuerza coercitiva y la resistencia al calor a través de la adición del compuesto con Pr y W no es obvio, lo cual se debe al efecto relativamente pobre provocado por la precipitación uniforme de W en los límites del grano.

50 En los modos de implementación recomendados, el tamaño promedio de grano cristalino del imán sinterizado de tierras raras es de 4,6-5,8 micrómetros.

55 En los modos de implementación recomendados, los componentes de materia prima comprenden del 0,1 % en peso al 0,8 % en peso de Cu. El aumento en una fase líquida de bajo punto de fusión mejora la distribución de W. En la presente invención, W está bastante uniformemente distribuido en los límites de grano, el intervalo de distribución en el mismo excede el de la fase enriquecida en R; y toda la fase enriquecida en R está cubierta sustancialmente, lo que puede considerarse como evidencia de que el W ejerce un efecto de fijación y obstruye el crecimiento de los granos. Además, los efectos de W al refinar los granos, la mejora de la distribución del tamaño de grano y el debilitamiento de la dependencia de la temperatura de Pr pueden ejercerse por completo.

60 En los modos de implementación recomendados, los componentes de la materia prima comprenden del 0,1 % en peso al 0,8 % en peso de Al.

65 En los modos de implementación recomendados, los componentes de la materia prima comprenden del 0,3 % en peso

al 2,0 % en peso de al menos un elemento aditivo seleccionado de un grupo que consiste en Zr, V, Mo, Zn, Ga, Nb, Sn, Sb, Hf, Bi, Ni, Ti, Cr, Si, S y P.

5 En los modos de implementación recomendados, la cantidad de B es del 0,8 % en peso al 0,92 % en peso. Cuando la cantidad de B es inferior al 0,92 % en peso, la estructura cristalina de la lámina de aleación rápidamente enfriada puede fabricarse más fácilmente y puede fabricarse más fácilmente en polvo fino. Para el imán que contiene Pr, su fuerza coercitiva se puede mejorar efectivamente refinando los granos y mejorando la distribución del tamaño de grano. Sin embargo, cuando la cantidad de B es inferior al 0,8 % en peso, la estructura cristalina de la lámina de aleación rápidamente enfriada puede volverse demasiado fina y se introducen fases amorfas, causando la disminución en la densidad de flujo magnético de Br.

Debe indicarse que los intervalos numéricos divulgados en la presente invención comprenden todos los valores de puntos en los intervalos.

15 Breve descripción de los dibujos

La figura 1 ilustra un diagrama de fase binario de Nd-Fe.

La figura 2 ilustra un diagrama de fase binario de Pr-Fe.

La figura 3 ilustra un diagrama de fase binario de Pr-Nd.

20 La figura 4 ilustra un diagrama de fase binario de Pr-H.

La figura 5 ilustra un diagrama de fase binario de Nd-H.

La figura 6 ilustra los resultados de detección de EPMA para un imán sinterizado de acuerdo con la Realización 1.1 de la Realización 1.

25 Descripción detallada de las realizaciones

La presente invención se describirá adicionalmente en detalle en combinación con las realizaciones a continuación.

30 Los imanes sinterizados obtenidos en las Realizaciones 1-4 se determinan usando los siguientes métodos de determinación: Proceso de evaluación del rendimiento magnético: el rendimiento magnético de un imán sinterizado se determina mediante el uso del sistema de pruebas no destructivas de tipo NIM-10000H para el imán permanente de tierras raras de BH grande del Instituto Nacional de Metrología de China.

35 Determinación de la relación de atenuación del flujo magnético: el imán sinterizado se coloca en un ambiente a 180 °C durante 30 minutos; luego se enfría naturalmente a temperatura ambiente; y luego se mide el flujo magnético. El flujo magnético medido se compara con los datos medidos antes del calentamiento para calcular una relación de atenuación del flujo magnético medido antes y después del calentamiento.

40 Determinación sobre AGG: el imán sinterizado se pule en dirección horizontal, y se obtiene un número promedio de AGG por 1 cm²; El AGG mencionado en la presente invención se refiere a un grano anormalmente cultivado con un tamaño de grano mayor de 40 μm.

45 Prueba de tamaño de grano cristalino promedio de un imán: se fotografía un imán después de colocarlo debajo de un metaloscopio láser con una potencia de aumento de 2000, en donde una superficie de detección está en paralelo con el borde inferior del campo de visión cuando se toma la fotografía. Durante la medición, se dibuja una línea recta con una longitud de 146,5 μm en la posición central del campo de visión; y contando el número de cristales de la fase principal a través de la línea recta, se calcula el tamaño medio de grano cristalino del imán.

50 Ejemplo comparativo 1

Proceso de preparación de materia prima: Nd con una pureza del 99,5 %, Pr con una pureza del 99,5 %, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con una pureza del 99,9 %, Cu con una pureza del 99,5 % y W con una pureza del 99,999 % se prepararon en porcentaje en peso (% en peso) y se formularon en la materia prima.

55 Para controlar con precisión la proporción de uso de W, en esta realización, la cantidad de W en Nd, Fe, Pr, Fe-B, Co y Cu seleccionados era inferior al límite de detección de los dispositivos existentes, y una fuente de W era el metal W que se agregó adicionalmente.

Las cantidades de los elementos son las que se muestran en la Tabla 2.

60

Tabla 2 Proporciones de elementos (% en peso)

N.º	Nd	Pr	B	Co	Cu	W	Fe
Ejemplo comparativo 1	31,9	1	0,9	1,0	0,2	0,01	Balance
Realización 1.1	31,7	2	0,9	1,0	0,2	0,01	Balance
Realización 1.2	30	5	0,9	1,0	0,2	0,01	Balance

(continuación)

N.º	Nd	Pr	B	Co	Cu	W	Fe
Realización 1.3	22	10	0,9	1,0	0,2	0,01	Balance
Realización 1.4	12	20	0,9	1,0	0,2	0,01	Balance
Realización 1.5	0	32	0,9	1,0	0,2	0,01	Balance
Ejemplo comparativo 1.2	12	20	0,9	1,0	0,2	0	Balance

5 Debe observarse que todas las composiciones de la tabla 2 son, de hecho, ejemplos comparativos que no son parte de la invención porque la cantidad de oxígeno en el imán sinterizado no se controló para que fuera menos que o igual a 100 ppm. Cada número de la realización anterior se prepara respectivamente según la composición del elemento en la Tabla 2; y luego se pesaron y prepararon 10 kg de materias primas. Proceso de fundición: una parte de las materias primas formuladas se tomó y se colocó en un crisol hecho de óxido de aluminio cada vez, y se sometió a fundición al vacío en un horno de fundición por inducción al vacío de alta frecuencia bajo un vacío de 10^{-2} Pa a una temperatura inferior a 1500 °C. Proceso de colada: después de la fundición al vacío, se introdujo un gas Ar en el horno de fundición hasta que la presión alcanzó 20000 Pa; la colada se realizó utilizando un proceso de enfriamiento con un solo rodillo a una velocidad de enfriamiento de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s para obtener una aleación rápidamente enfriada; y la aleación rápidamente enfriada se sometió a un tratamiento de preservación del calor a 600 °C durante 20 minutos y luego se enfrió a temperatura ambiente.

15 Proceso de decrepitación de hidrógeno: un horno de decrepitación de hidrógeno en el que se colocó la aleación rápidamente enfriada se sometió a vacío a temperatura ambiente, y luego se introdujo hidrógeno con una pureza del 99,5 % en el horno de decrepitación de hidrógeno a una presión de 0,1 MPa. Después de dejarse durante 120 minutos, el horno se sometió a vacío mientras la temperatura aumentaba, sometiéndose a vacío durante 2 horas a la temperatura de 500 °C, y luego se enfrió, obteniendo polvo después de la decrepitación de hidrógeno.

20 Proceso de molienda fina: el espécimen obtenido después de la decrepitación de hidrógeno se sometió a molienda por chorro en una cámara de pulverización a una presión de 0,45 MPa en una atmósfera con una cantidad de gas oxidante inferior a 200 ppm; obteniendo un polvo fino con un tamaño de grano promedio de 3,10 µm (Método Fisher). El gas oxidante se refiere al oxígeno o la humedad.

25 Se añadió caprilato de metilo al polvo obtenido después de la molienda por chorro con una cantidad de adición del 0,2 % con respecto al peso del polvo mezclado, y luego se mezcló bien con el polvo usando un mezclador de tipo V.

30 Proceso de conformación de campo magnético: el polvo en el que se había agregado el caprilato de metilo como se describió anteriormente tenía la forma principal de un cubo que tenía una longitud lateral de 25 mm usando una máquina de conformación de campo magnético orientado en ángulo recto en un campo magnético orientado de 1,8 T, y se desmagnetizó después de la conformación primaria.

35 Para evitar que el cuerpo conformado obtenido después de la conformación primaria esté en contacto con el aire, el cuerpo conformado se selló y luego se sometió a una conformación secundaria utilizando una máquina de conformación secundaria (máquina de conformación por presión isostática).

40 Proceso de sinterización: cada uno de los cuerpos conformados fue transferido a un horno de sinterización para sinterización, que se sinterizó al vacío de 10^{-3} Pa a la temperatura de 200 °C durante 2 horas y a la temperatura de 900 °C durante 2 horas, y luego se sinterizó a la temperatura de 1030 °C. Después, se introdujo un gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión alcanzó 0,1 MPa, y luego el cuerpo sinterizado se enfrió a temperatura ambiente.

Proceso de tratamiento térmico: el cuerpo sinterizado se sometió a tratamiento térmico en un gas Ar de alta pureza a una temperatura de 500 °C durante 1 hora, se enfrió a temperatura ambiente y luego se sacó.

45 Proceso de procesamiento: el cuerpo sinterizado obtenido después del tratamiento térmico se procesó en un imán con ϕ de 15 mm y un espesor de 5 mm, siendo la dirección del grosor de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

50 Las pruebas de rendimiento magnético se realizaron en imanes hechos de cuerpos sinterizados en los Ejemplos comparativos 1.1-1.2 y en las Realizaciones 1.1-1.5 para evaluar las propiedades magnéticas de los mismos. Los resultados de la evaluación de los imanes en realizaciones y ejemplos comparativos se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3 Evaluación de rendimiento para imanes en realizaciones y ejemplos comparativos

N.º	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)máx. (MGOe)	Relación de atenuación del flujo magnético	AGG (número)	Tamaño promedio de grano cristalino del imán (micrómetros)
Ejemplo comparativo 1.1	13,5	13,8	98,6	44,9	8,8	3	6,2

(continuación)

N.º	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)máx. (MGOe)	Relación de atenuación del flujo magnético	AGG (número)	Tamaño promedio de grano cristalino del imán (micrómetros)
Realización 1.1	14,0	15,8	99,0	46,1	2,5	0	4,9
Realización 1.2	14,1	16,5	99,5	46,2	1,7	0	4,8
Realización 1.3	14,1	16,8	99,6	46,1	2,4	0	4,7
Realización 1.4	14,1	17,1	99,8	46,3	3,5	1	4,6
Realización 1.5	14,2	17,4	99,9	46,2	3,9	1	4,6
Ejemplo comparativo 1.2	12,8	11,3	94,7	38,5	32,6	5	7,3

A lo largo del proceso de implementación, la cantidad de O en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 2000 ppm; y la cantidad de C en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 1000 ppm.

5 Se puede concluir que, en la presente invención, cuando la cantidad de Pr es inferior al 2 % en peso, el objetivo de utilizar de manera integral los recursos de tierras raras no se puede lograr.

10 Los componentes del imán sinterizado realizado en la Realización 1.1 se sometieron a detección de FE-EPMA (microanálisis de sonda de electrones de emisión de campo). Los resultados son como se muestran en la Tabla 6.

15 De la figura 6, se puede ver que las fases enriquecidas en R se concentran hacia los límites del grano; la cantidad traza de W marca la migración de los límites del grano, ajusta el tamaño de grano y reduce la aparición de AGG (crecimiento anormal del grano); la fuerza coercitiva puede distribuirse uniformemente desde ángulos microscópicos y macroscópicos; y la resistencia al calor, la desmagnetización térmica y el grado cuadrado del imán se mejoran.

20 En la Realización 1.2 y la Realización 1.5, también se observaron los siguientes fenómenos: las fases enriquecidas en R se concentran hacia los límites del grano, la cantidad traza de W marca la migración de los límites del grano y ajusta el tamaño del grano.

Después de la prueba, las cantidades del componente Pr en los imanes sinterizados realizados en las Realizaciones 1.1, 1.2, 1.3, 1.4 y 1.5 son 1,9 % en peso, 4,8 % en peso, 9,8 % en peso, 19,7% en peso y 31,6% en peso respectivamente.

25 Realización 1

30 Proceso de preparación de materia prima: Nd con una pureza del 99,9 %, Fe-B con una pureza del 99,9 %, Fe con una pureza del 99,9%, Pr con una pureza del 99,9 %, Cu y Al con una pureza del 99,5 %, y W con una pureza del 99,999 % se prepararon en porcentaje en peso (% en peso) y se formularon en la materia prima.

Para controlar con precisión la proporción de uso de W, en esta realización, la cantidad de W en el Nd seleccionado, Fe, Fe-B, Pr, Al y Cu era inferior al límite de detección de los dispositivos existentes, y una fuente de W era el metal W que se agregó adicionalmente.

35 Las cantidades de los elementos se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4 Proporciones de elementos (% en peso)

N.º	Nd	Pr	B	Cu	Al	Nb	W	Fe
Ejemplo comparativo 2.1	21	10	0,85	0,8	0,2	0,2	0,0001	Balance
Realización 2.1	21	10	0,85	0,8	0,2	0,2	0,0005	Balance
Realización 2.2	21	10	0,85	0,8	0,2	0,2	0,002	Balance
Realización 2.3	21	10	0,85	0,8	0,2	0,2	0,008	Balance
Realización 2.4	21	10	0,85	0,8	0,2	0,2	0,03	Balance
Ejemplo comparativo 2.2	21	10	0,85	0,8	0,2	0,2	0,05	Balance

40 Cada número de la realización anterior se prepara respectivamente según la composición del elemento en la Tabla 4; y luego se pesaron y prepararon 10 kg de materias primas.

45 Proceso de fundición: una parte de las materias primas formuladas se tomó y se puso en un crisol hecho de óxido de aluminio cada vez, y se sometió a fundición al vacío en un horno de fundición por inducción al vacío de alta frecuencia bajo un vacío de 10^{-3} Pa a una temperatura inferior a 1600 °C.

Proceso de colada: después de la fundición al vacío, se introdujo un gas Ar en el horno de fundición hasta que la presión alcanzó 50000 Pa; la colada se realizó utilizando un proceso de enfriamiento con un solo rodillo a una velocidad

de enfriamiento de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s para obtener una aleación rápidamente enfriada; y la aleación rápidamente enfriada se sometió a un tratamiento de conservación de calor a 500 ° C durante 10 minutos y luego se enfrió a temperatura ambiente.

5 Proceso de decrepitación de hidrógeno: un horno de decrepitación de hidrógeno en el que se colocó la aleación rápidamente enfriada se sometió a vacío a temperatura ambiente, y luego se introdujo hidrógeno con una pureza del 99,5 % en el horno de decrepitación de hidrógeno a una presión de 0,05 MPa. Después de dejarlo durante 125 minutos, el horno se sometió a vacío mientras la temperatura aumentaba, sometiéndose a vacío durante 2 horas a la temperatura de 600 °C, y luego se enfrió, obteniendo polvo después de la decrepitación de hidrógeno.

10 Proceso de molienda fina: el espécimen obtenido después de la decrepitación de hidrógeno se sometió a molienda por chorro en una cámara de pulverización a una presión de 0,41 MPa en una atmósfera con una cantidad de gas oxidante inferior a 100 ppm; obteniendo polvo fino con un tamaño de grano promedio de 3,30 μm (Método Fisher). El gas oxidante se refiere al oxígeno o la humedad.

15 Se añadió caprilato de metilo al polvo obtenido después de la molienda por chorro con una cantidad de adición del 0,25 % con respecto al peso del polvo mezclado, y luego se mezcló bien con el polvo usando un mezclador de tipo V.

20 Proceso de conformación de campo magnético: el polvo en el que se había agregado el caprilato de metilo como se describió anteriormente tenía la forma principal de un cubo que tenía una longitud lateral de 25 mm usando una máquina de conformación de campo magnético orientada en ángulo recto en un campo magnético orientado de 1,8 T a una presión de conformación de 0,2 ton/cm², y se desmagnetizó después de la conformación primaria en un campo magnético de 0,2 T.

25 Para evitar que el cuerpo conformado obtenido después de la conformación primaria esté en contacto con el aire, el cuerpo conformado se selló y luego se sometió a una conformación secundaria utilizando una máquina de conformación secundaria (máquina de conformación por presión isostática) a una presión de 1.1 ton/cm².

30 Proceso de sinterización: cada uno de los cuerpos conformados fue transferido a un horno de sinterización para sinterización, que se sinterizó al vacío de 10^{-2} Pa a la temperatura de 200 °C durante 1 hora y a la temperatura de 800 °C durante 2 horas, y luego se sinterizó a la temperatura de 1010 °C. Después, se introdujo un gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión alcanzó 0,1 MPa, y luego el cuerpo sinterizado se enfrió a temperatura ambiente.

35 Proceso de tratamiento térmico: el cuerpo sinterizado se sometió a tratamiento térmico en un gas Ar de alta pureza a una temperatura de 520 °C durante 2 hora, se enfrió a temperatura ambiente y luego se sacó.

40 Proceso de procesamiento: el cuerpo sinterizado obtenido después del tratamiento térmico se procesó en un imán con ϕ de 15 mm y un espesor de 5 mm, siendo la dirección del grosor de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

45 Las pruebas de rendimiento magnético se realizaron en imanes hechos de cuerpos sinterizados en los Ejemplos comparativos 2.1-2.2 y en las Realizaciones 2.1-2.4 para evaluar las propiedades magnéticas de los mismos. Los resultados de la evaluación de los imanes en las realizaciones y los ejemplos comparativos son como se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5 Evaluación de rendimiento para imanes en realizaciones y ejemplos comparativos

N.º	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)máx. (MGOe)	Relación de atenuación del flujo magnético (%)	AGG (número)	Tamaño promedio de grano cristalino del imán (micrómetros)
Ejemplo comparativo 2.1	13,8	15,2	97,6	46,1	13,6	2	6,5
Realización 2.1	14,2	16,8	98,5	48,5	3,7	0	5,8
Realización 2.2	14,3	17,2	99,1	48,2	1,5	0	5,7
Realización 2.3	14,4	17,6	99,3	48,3	2,0	0	5,2
Realización 2.4	14,3	17,8	94,9	48,1	2,5	0	5,0
Ejemplo comparativo 2.2	12,8	14,3	95,2	39,0	35,8	7	5,8

50 A lo largo del proceso de implementación, la cantidad de O en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 1000 ppm; y la cantidad de C en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 1000 ppm.

5 Se puede concluir que cuando la cantidad de W es inferior al 0,0005 % en peso, como la cantidad de W es insuficiente, es difícil desempeñar su papel en la mejora de la resistencia al calor y la desmagnetización térmica de los imanes que contienen Pr; y cuando la cantidad de W es superior al 0,03 % en peso, dado que las fases amorfas y los cristales isométricos se forman en la lámina SC (la lámina de aleación rápidamente enfriada) para reducir la magnetización de saturación y la fuerza coercitiva de los imanes, No se pueden obtener imanes con productos de alta energía magnética.

Después de la prueba, las cantidades del componente W en los imanes sinterizados realizados en las Realizaciones 2.1, 2.2, 2.3 y 2.4 son 0,0005 % en peso, 0,002 % en peso, 0,008 % en peso y 0,03 % en peso respectivamente.

10 Ejemplo comparativo 2

Proceso de preparación de materia prima: Nd con una pureza del 99,9 %, Fe-B con una pureza del 99,9 %, Fe con una pureza del 99,9%, Pr con una pureza del 99,9 %, Cu y Ga con una pureza del 99,5 %, y W con una pureza del 99,999 % se prepararon en porcentaje en peso (% en peso) y se formularon en la materia prima.

15 Para controlar con precisión la proporción de uso de W, en esta realización, la cantidad de W en el Nd seleccionado, Fe, Fe-B, Pr, Ga y Cu fueron menos que un límite de detección de dispositivos existentes, y una fuente de W fue el metal W que se agregó adicionalmente.

20 Las cantidades de los elementos se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6 Proporciones de elementos (% en peso)

N.º	Nd	Pr	B	Cu	Ga	W	Fe
Realización 3.0	24,5	7	0,92	0,05	0,3	0,005	Balance
Realización 3.1	24,5	7	0,92	0,1	0,3	0,005	Balance
Realización 3.2	24,5	7	0,92	0,3	0,3	0,005	Balance
Realización 3.3	24,5	7	0,92	0,5	0,3	0,005	Balance
Realización 3.4	24,5	7	0,92	0,8	0,3	0,005	Balance
Realización 3.5	24,5	7	0,92	0,9	0,3	0,005	Balance
Ejemplo comparativo 3.3	24,5	7	0,92	0,3	0,3	0	Balance

25 Debe observarse que todas las composiciones de la tabla 6 son, de hecho, ejemplos comparativos que no son parte de la invención porque la cantidad de oxígeno en el imán sinterizado no se controló para que fuera menos que o igual a 100 ppm. Cada número de la realización anterior se prepara respectivamente según la composición del elemento en la Tabla 6; y luego se pesaron y prepararon 10 kg de materias primas.

30 Proceso de fundición: una parte de las materias primas formuladas se tomó y se colocó en un crisol hecho de óxido de aluminio cada vez, y se sometió a fundición al vacío en un horno de fundición por inducción al vacío de alta frecuencia bajo un vacío de 10^{-2} Pa a una temperatura inferior a 1450 °C. Proceso de colada: después de la fundición al vacío, se introdujo un gas Ar en el horno de fundición hasta que la presión alcanzó 30000 Pa; la colada se realizó utilizando un proceso de enfriamiento con un solo rodillo a una velocidad de enfriamiento de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s para obtener una aleación rápidamente enfriada; y la aleación rápidamente enfriada se sometió a un tratamiento de conservación de calor a 700 °C durante 5 minutos y luego se enfrió a temperatura ambiente.

35 Proceso de decrepitación de hidrógeno: un horno de decrepitación de hidrógeno en el que se colocó la aleación rápidamente enfriada se sometió a vacío a temperatura ambiente, y luego se introdujo hidrógeno con una pureza del 99,5 % en el horno de decrepitación de hidrógeno a una presión de 0,08 MPa. Después de dejarlo durante 95 minutos, el horno se sometió a vacío mientras la temperatura aumentaba, sometiéndose a vacío durante 2 horas a la temperatura de 650 °C, y luego se enfrió, obteniendo polvo después de la decrepitación de hidrógeno.

40 Proceso de molienda fina: el espécimen obtenido después de la decrepitación de hidrógeno se sometió a molienda por chorro en una cámara de pulverización a una presión de 0,6 MPa en una atmósfera con una cantidad de gas oxidante inferior a 100 ppm; obteniendo polvo fino con un tamaño de grano promedio de 3,3 µm (Método Fisher). El gas oxidante se refiere al oxígeno o la humedad.

45 Se añadió caprilato de metilo al polvo obtenido después de la molienda por chorro con una cantidad de adición del 0,1 % con respecto al peso del polvo mezclado, y luego se mezcló bien con el polvo usando un mezclador de tipo V.

50 Proceso de conformación de campo magnético: el polvo en el que se había agregado el caprilato de metilo como se describió anteriormente tenía la forma principal de un cubo que tenía una longitud lateral de 25 mm usando una máquina de conformación de campo magnético orientada en ángulo recto en un campo magnético orientado de 2,0 T a una presión de conformación de 0,2 ton/cm², y se desmagnetizó después de la conformación primaria en un campo magnético de 0,2 T.

55 Para evitar que el cuerpo conformado obtenido después de la conformación primaria esté en contacto con el aire, el

cuerpo conformado se selló y luego se sometió a una conformación secundaria utilizando una máquina de conformación secundaria (máquina de conformación por presión isostática) a una presión de 1,0 ton/cm².

5 Proceso de sinterización: cada uno de los cuerpos conformados fue transferido a un horno de sinterización para sinterización, que se sinterizó al vacío de 10⁻³ Pa a la temperatura de 200 °C durante 2 horas y a la temperatura de 700 °C durante 2 horas, y luego se sinterizó a la temperatura de 1020 °C durante 2 horas. Después, se introdujo un gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión alcanzó 0,1 MPa, y luego el cuerpo sinterizado se enfrió a temperatura ambiente.

10 Proceso de tratamiento térmico: el cuerpo sinterizado se sometió a tratamiento térmico en un gas Ar de alta pureza a una temperatura de 560 °C durante 1 hora, se enfrió a temperatura ambiente y luego se sacó.

15 Proceso de procesamiento: el cuerpo sinterizado obtenido después del tratamiento térmico se procesó en un imán con φ de 15 mm y un espesor de 5 mm, siendo la dirección del grosor de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

20 Proceso de evaluación del rendimiento magnético: el rendimiento magnético de un imán sinterizado se determina mediante el uso del sistema de pruebas no destructivas de tipo NIM-10000H para el imán permanente de tierras raras de BH grande del Instituto Nacional de Metrología de China.

Las pruebas de rendimiento magnético se realizaron en imanes hechos de cuerpos sinterizados en los Ejemplos comparativos 3.1-3.3 y en las Realizaciones 3.1-3.4 para evaluar las propiedades magnéticas de los mismos. Los resultados de la evaluación de los imanes en realizaciones y ejemplos comparativos se muestran en la Tabla 7.

25 **Tabla 7 Evaluación de rendimiento para imanes en realizaciones y ejemplos comparativos**

N.º	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)máx. (MGOe)	Relación de atenuación del flujo magnético (%)	AGG (número)	Tamaño promedio de grano cristalino del imán (micrómetros)
Realización 3.0	13,8	15,7	97,8	45,5	5,6	0	5,1
Realización 3.1	14,2	16,5	98,9	47,0	2,5	0	5,1
Realización 3.2	14,2	16,6	99,3	47,4	1,3	0	5,2
Realización 3.3	14,2	17,0	99,5	47,8	1,8	0	5,4
Realización 3.4	14,2	16,8	99,1	47,2	2,9	0	5,3
Realización 3.5	13,8	15,5	97,3	46,3	5,1	3	6,0
Ejemplo comparativo 3.3	13,8	16,1	97,7	45,2	12,7	7	6,2

A lo largo del proceso de implementación, la cantidad de O en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 1500 ppm; y la cantidad de C en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 500 ppm.

30 Se puede concluir que cuando la cantidad de Cu es inferior al 0,1 % en peso, SQ es relativamente bajo, lo cual se debe a que Cu puede mejorar sustancialmente SQ; y cuando la cantidad de Cu supera el 0,8 % en peso, Hcj y SQ caen. La adición excesiva de Cu hace que la mejora de Hcj se sature y otros factores negativos comiencen a surtir efecto y, por lo tanto, conduzcan a este fenómeno.

35 Cuando la cantidad de Cu es del 0,1 % en peso al 0,8 % en peso, el Cu disperso en los límites de grano puede facilitar de manera efectiva la cantidad traza de W para desempeñar el papel de mejorar la resistencia al calor y el rendimiento de desmagnetización térmica.

40 **Realización 2**

Proceso de preparación de materia prima: Nd con una pureza del 99,8 %, Fe-B industrial, Fe puro industrial, Co con una pureza del 99,9 %, y Al y Cr con una pureza del 99,5 % se prepararon en porcentaje en peso (% en peso) y se formularon en la materia prima.

45 Para controlar con precisión la proporción de uso de W, en esta realización, la cantidad de W en Fe, Fe-B, Pr, Cr, y Al

seleccionados era inferior al límite de detección de los dispositivos existentes, el Nd seleccionado comprende W, y la cantidad del elemento W fue 0,01 % de la cantidad de Nd.

Las cantidades de los elementos se muestran en la Tabla 8.

5

Tabla 8 Proporciones de elementos (% en peso)

N.º	Nd	Pr	B	Al	Cr	Fe
Ejemplo comparativo 4.1	16	15,5	0,82	0,05	0,8	Balance
Realización 4.1	16	15,5	0,82	0,1	0,8	Balance
Realización 4.2	16	15,5	0,82	0,3	0,8	Balance
Realización 4.3	16	15,5	0,82	0,5	0,8	Balance
Realización 4.4	16	15,5	0,82	0,8	0,8	Balance
Ejemplo comparativo 4.2	16	15,5	0,82	0,9	0,8	Balance

Cada número de la realización anterior se prepara respectivamente según la composición del elemento en la Tabla 8; y luego se pesaron y prepararon 10 kg de materias primas.

10

Proceso de fundición: una parte de las materias primas formuladas se tomó y se puso en un crisol hecho de óxido de aluminio cada vez, y se sometió a fundición al vacío en un horno de fundición por inducción al vacío de alta frecuencia bajo un vacío de 10^{-3} Pa a una temperatura inferior a 1650 °C.

15

Proceso de colada: después de la fundición al vacío, se introdujo un gas Ar en el horno de fundición hasta que la presión alcanzó 10000 Pa; la colada se realizó utilizando un proceso de enfriamiento con un solo rodillo a una velocidad de enfriamiento de 10^2 °C/s- 10^4 °C/s para obtener una aleación rápidamente enfriada; y la aleación rápidamente enfriada se sometió a un tratamiento de conservación de calor a 450 °C durante 80 minutos y luego se enfrió a temperatura ambiente.

20

Proceso de decrepitación de hidrógeno: un horno de decrepitación de hidrógeno en el que se colocó la aleación rápidamente enfriada se sometió a vacío a temperatura ambiente, y luego se introdujo hidrógeno con una pureza del 99,9 % en el horno de decrepitación de hidrógeno a una presión de 0,08 MPa. Después de dejarse durante 120 minutos, el horno se sometió a vacío mientras la temperatura aumentaba, que fue sometido a vacío a la temperatura de 590 °C, y luego se enfrió, obteniendo polvo después de la decrepitación de hidrógeno.

25

Proceso de molienda fina: el espécimen obtenido después de la decrepitación de hidrógeno se sometió a molienda por chorro en una cámara de pulverización a una presión de 0,45 MPa en una atmósfera con una cantidad de gas oxidante inferior a 50 ppm; obteniendo un polvo fino con un tamaño de grano promedio de 3,1 µm (Método Fisher). El gas oxidante se refiere al oxígeno o la humedad.

30

Se añadió caprilato de metilo al polvo obtenido después de la molienda por chorro con una cantidad de adición del 0,22 % con respecto al peso del polvo mezclado, y luego se mezcló bien con el polvo usando un mezclador de tipo V.

35

Proceso de conformación de campo magnético: el polvo en el que se había añadido el caprilato de metilo como se describió anteriormente se formó principalmente como un cubo que tenía una longitud lateral de 25 mm utilizando una máquina de conformación de campo magnético orientada en ángulo recto en un campo magnético orientado de 1,8 T a una presión de conformación de 0,4 ton/cm², y se desmagnetizó después de la conformación primaria en un campo magnético de 0,2 T.

40

Para evitar que el cuerpo conformado obtenido después de la conformación primaria esté en contacto con el aire, el cuerpo conformado se selló y luego se sometió a una conformación secundaria utilizando una máquina de conformación secundaria (máquina de conformación por presión isostática) a una presión de 1.1 ton/cm².

45

Proceso de sinterización: cada uno de los cuerpos conformados fue transferido a un horno de sinterización para sinterización, que se sinterizó al vacío de 10^{-3} Pa a la temperatura de 200 °C durante 1,5 horas y a la temperatura de 970 °C durante 2 horas, y luego se sinterizó a la temperatura de 1030 °C. Después, se introdujo un gas Ar en el horno de sinterización hasta que la presión alcanzó 0,1 MPa, y luego el cuerpo sinterizado se enfrió a temperatura ambiente.

50

Proceso de tratamiento térmico: el cuerpo sinterizado se sometió a tratamiento térmico en un gas Ar de alta pureza a una temperatura de 460 °C durante 2 horas, se enfrió a temperatura ambiente y luego se sacó.

55

Proceso de procesamiento: el cuerpo sinterizado obtenido después del tratamiento térmico se procesó en un imán con φ de 15 mm y un espesor de 5 mm, siendo la dirección del grosor de 5 mm la dirección de orientación del campo magnético.

Las pruebas de rendimiento magnético se realizaron en imanes hechos de cuerpos sinterizados en los Ejemplos comparativos 4.1 -4.2 [[4.3]] y en las Realizaciones 4.1-4.4 para evaluar las propiedades magnéticas de los mismos.

Los resultados de la evaluación de los imanes en los ejemplos y en los ejemplos comparativos se muestran en la Tabla 9.

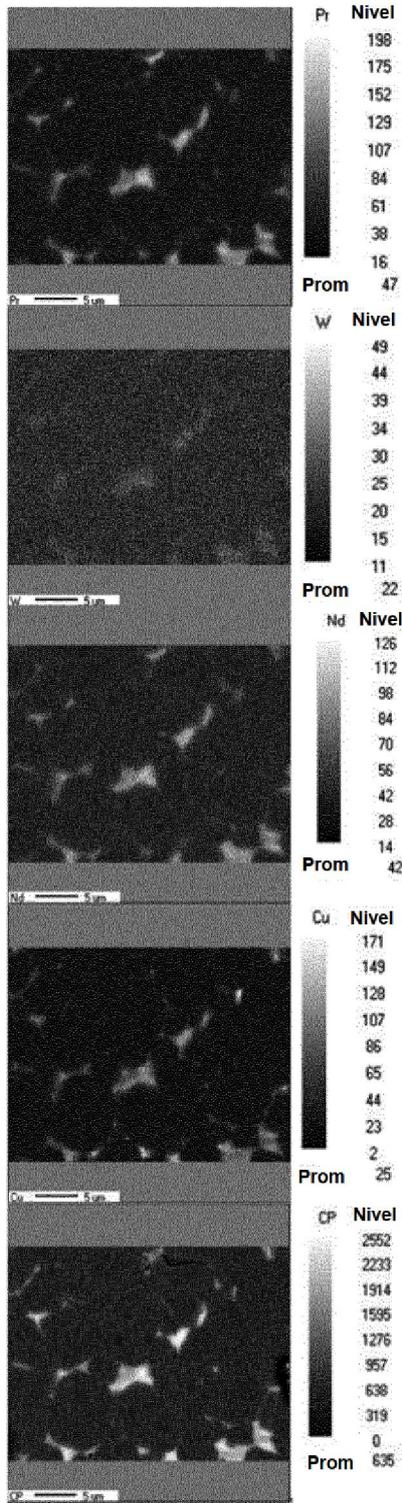
Tabla 9 Evaluación de rendimiento para imanes en realizaciones y ejemplos comparativos

N.º	Br (kGs)	H _{cj} (kOe)	SQ (%)	(BH)máx. (MGOe)	Relación de atenuación del flujo magnético (%)	AGG (número)	Tamaño promedio de grano cristalino del imán (micrómetros)
Ejemplo comparativo 4.1	13,6	17,5	96,6	44,6	4,5	1	5,2
Realización 4.1	13,8	17,9	98,5	46,8	3,5	0	4,8
Realización 4.2	13,9	18,2	99,1	47,8	1,2	0	4,7
Realización 4.3	13,9	18,6	99,3	48,0	2,2	0	4,7
Realización 4.4	13,8	18,9	99,2	47,2	2,6	0	4,7
Ejemplo comparativo 4.2	13,5	17,2	95,2	43,3	7,1	3	6,5

- 5 A lo largo del proceso de implementación, la cantidad de O en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 1000 ppm; y la cantidad de C en los imanes en los ejemplos comparativos y las realizaciones se controló para que fuera menos que o igual a 1000 ppm.
- 10 Se puede concluir que a partir de los ejemplos comparativos y las realizaciones, cuando la cantidad de Al es inferior al 0,1 % en peso, puesto que la cantidad de Al es demasiado baja, es difícil desempeñar su papel y el grado cuadrado de los imanes es bajo.
- 15 Al con una cantidad del 0,1 % en peso al 0,8 % en peso y W puede facilitar efectivamente que el W desempeñe su papel en la mejora de la resistencia al calor y el rendimiento de desmagnetización térmica.
- Cuando la cantidad de Al es superior al 0,8 % en peso, Al excesivo causaría que el Br y el grado cuadrado de los imanes caigan bruscamente.
- 20 Las realizaciones descritas anteriormente solo sirven para ilustrar adicionalmente algunos modos de implementación particulares de la presente descripción; sin embargo, la presente divulgación no se limita a las realizaciones.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W, en donde, el imán sinterizado de tierras raras comprende una fase principal de tipo $R_2Fe_{14}B$, y R es un elemento de tierras raras que comprende al menos Pr, caracterizado por que los componentes de materia prima en el mismo comprenden más del o igual al 7 % en peso de Pr y del 0,0005 % en peso al 0,03 % en peso de W, una cantidad de oxígeno en el imán sinterizado de tierras raras es menos que o igual a 1000 ppm.
- 10 2. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 1, caracterizado por que una cantidad de Pr es del 7 % en peso al 10 % en peso de los componentes de la materia prima.
- 15 3. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 1, caracterizado por que R es un elemento de tierras raras que comprende al menos Nd y Pr.
- 20 4. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 1, caracterizado por que los componentes de materia prima comprenden además menos que o igual al 2,0 % en peso de al menos un elemento aditivo seleccionado de un grupo que consiste en Co, Zr, V, Mo, Zn, Ga, Nb, Sn, Sb, Hf, Bi, Ni, Ti, Cr, Si, S y P, menos que o igual al 0,8 % en peso de Cu, menos que o igual al 0,8 % de Al, y el balance de Fe.
- 25 5. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 4, caracterizado por que un diámetro medio de partícula cristalina del imán sinterizado de tierras raras es de 2-8 micrómetros, cuando se mide por un método que incluye las etapas de: fotografiar el imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B después de colocarlo bajo un metaloscopio láser con una potencia de aumento de 2000, en donde una superficie de detección está en paralelo con el borde inferior del campo de visión al tomar la fotografía, dibujar una línea recta con una longitud de 146,5 μm en la posición central del campo de visión; y contar el número de cristales de la fase principal a través de la línea recta para determinar el diámetro promedio de partícula cristalina del imán sinterizado de tierras raras.
- 30 6. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 4, caracterizado por que los componentes de materia prima comprenden del 0,1 % en peso al 0,8 % en peso de Cu.
- 35 7. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 4, caracterizado por que los componentes de materia prima comprenden del 0,1 % en peso al 0,8 % en peso de Al.
- 40 8. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 4, caracterizado por que los componentes de materia prima comprenden del 0,3 % en peso al 2,0 % en peso de al menos un elemento aditivo seleccionado del grupo que consiste en Zn, Sb y Ni.
- 45 9. El imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W según la reivindicación 4, caracterizado por que una cantidad de B es del 0,8 % en peso al 0,92 % en peso.
- 50 10. Un método para fabricar un imán sinterizado de tierras raras a base de material compuesto de R-Fe-B que comprende Pr y W, caracterizado por que el método comprende las siguientes etapas: preparar líquido fundido de los componentes de la materia prima con más del o igual al 7 % en peso de Pr y del 0,0005 % en peso al 0,03 % en peso de W en una aleación de enfriamiento rápido, en donde, la aleación rápidamente enfriada se obtiene enfriando el líquido fundido de los componentes de la materia prima a una velocidad de enfriamiento más que o igual a 10^2 °C/s y menos que o igual a 10^4 °C/s utilizando un método de colada de bandas; moler la aleación rápidamente enfriada en polvo fino mediante molienda gruesa y molienda fina, la molienda gruesa comprende realizar una decrepitación de hidrógeno en la aleación rápidamente enfriada para obtener polvo grueso, y la molienda fina comprende realizar una molienda por chorro en el polvo grueso; obtener un cuerpo conformado del polvo fino usando un campo magnético; y
- 55 sinterizar el cuerpo conformado.



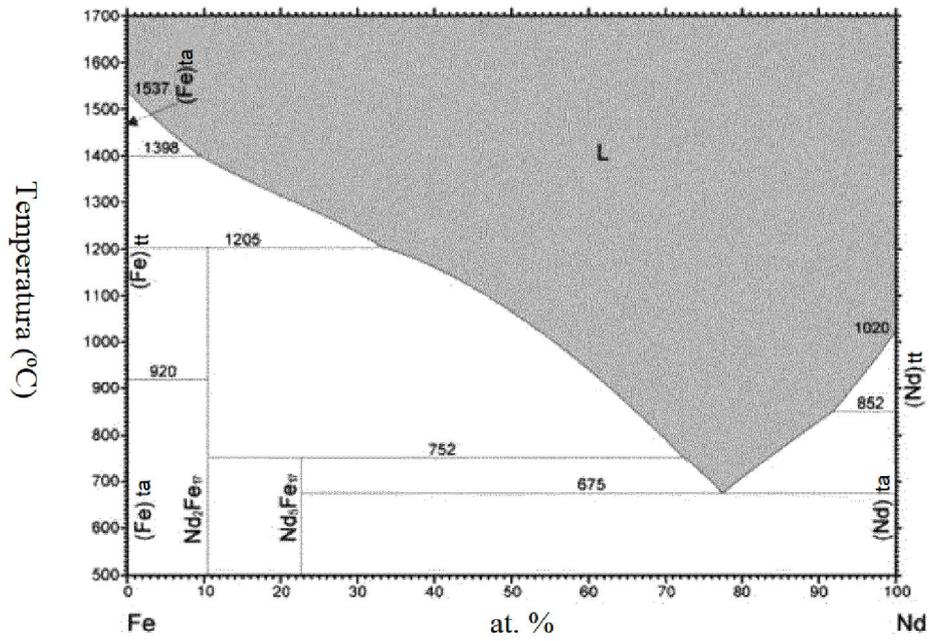


Figura 1

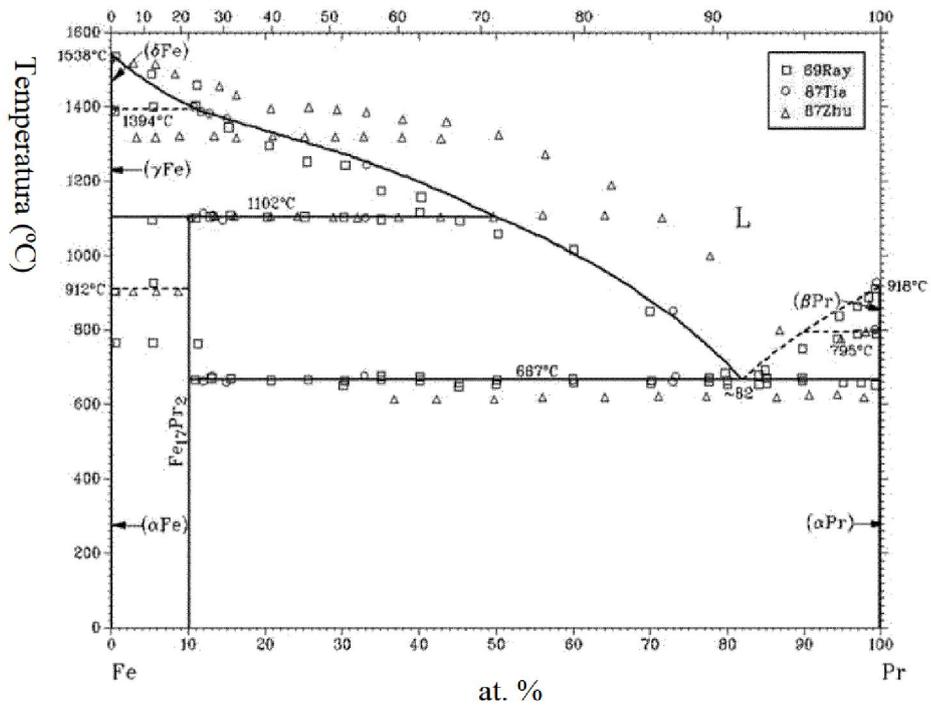


Figura 2

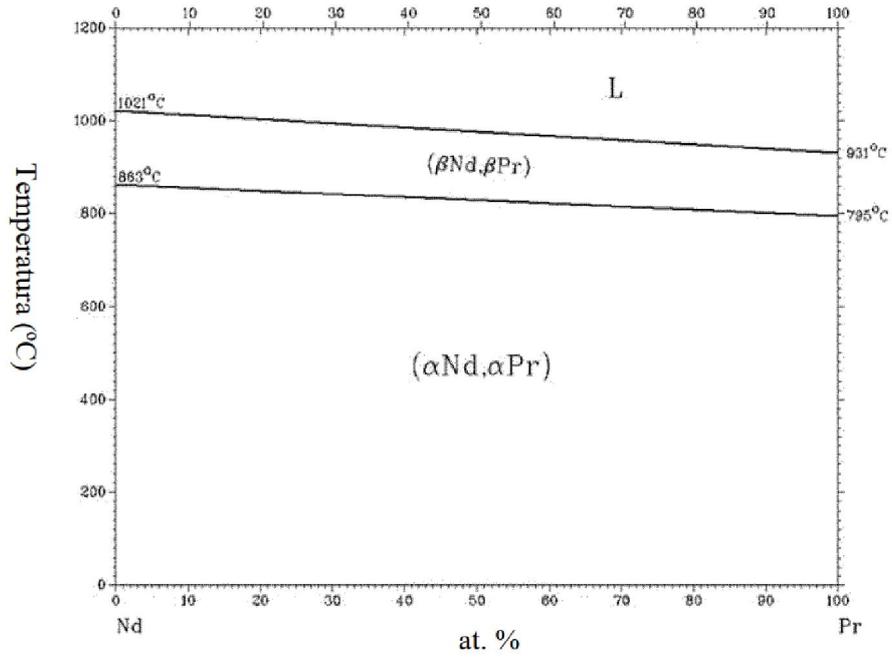


Figura 3

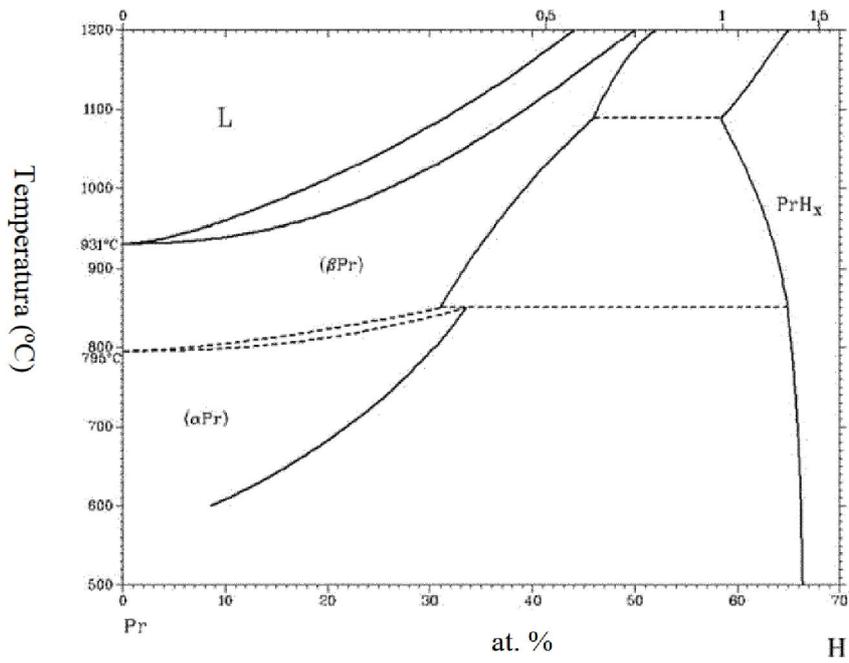


Figura 4

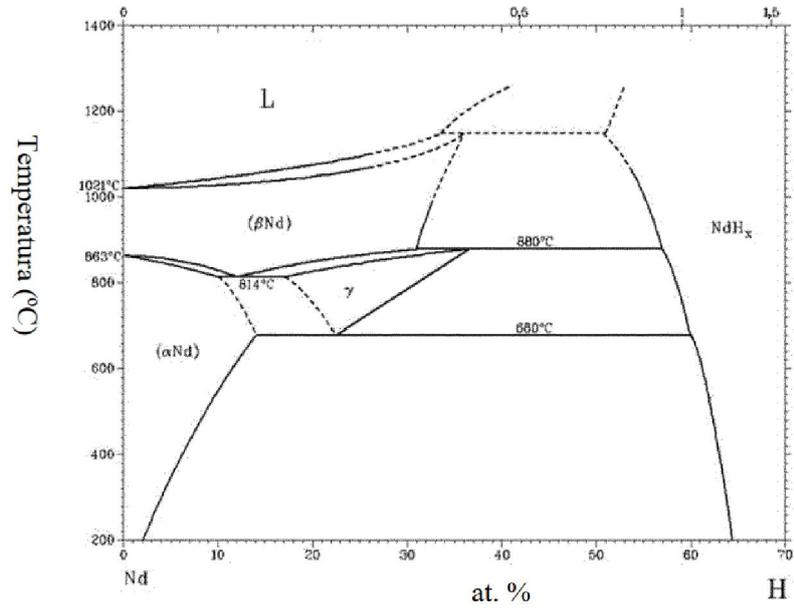


Figura 5

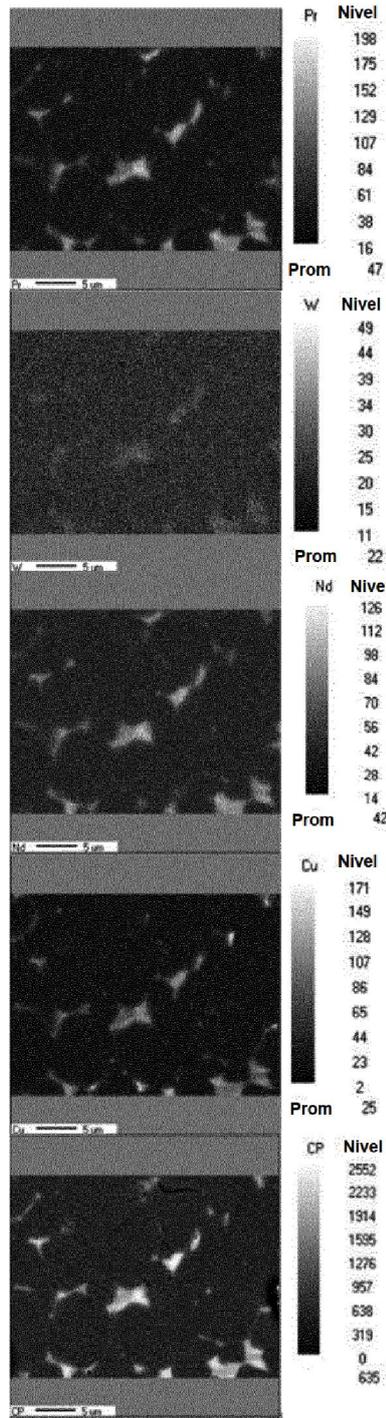


Figura 6