



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0028437

(51)⁷ C22C 38/00; C21D 6/00; C22C 33/02; (13) B
C22C 38/02; H01F 41/02; C22C 38/10;
C22C 38/16; C22C 38/28; H01F 1/057;
H01F 1/08; B22F 9/04; C22C 38/06

(21) 1-2016-03436

(22) 12/02/2015

(86) PCT/JP2015/053735 12/02/2015

(87) WO 2015/122422 A1 20/08/2015

(30) 2014-026337 14/02/2014 JP; 2014-119390 10/06/2014 JP

(45) 25/05/2021 398

(43) 25/11/2016 344A

(73) SANTOKU CORPORATION (JP)

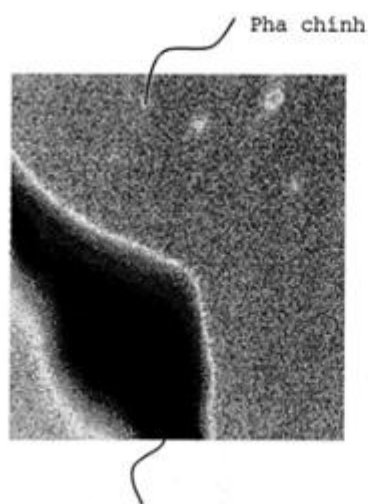
14-34, Fukae-Kitamachi 4-chome, Higashinada-ku, Kobe-shi, Hyogo 658-0013
JAPAN

(72) MATSUMOTO Yasutomo (JP).

(74) Công ty TNHH Tư vấn đầu tư và chuyển giao công nghệ (INVESTCONSULT)

(54) TẤM HỢP KIM CHỨA ĐẤT HIẾM LOẠI R-TM-A-M VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT TẤM HỢP KIM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến tấm hợp kim chứa đất hiếm và nam châm thiêu kết làm từ cùng loại đã đề cập, trong đó các tấm hợp kim rất hữu ích trong sản xuất nam châm thiêu kết, trong đó Br và HcJ có thể cao và cân bằng theo hàm lượng Dy và/ hoặc Tb. Các tấm hợp kim chứa đất hiếm là các tấm hợp kim loại R-TM-A-M trong đó có thành phần đặc biệt, và cấu trúc có pha chính Nd₂Fe₁₄B và pha biên, hàm lượng Fe trong pha biên không ít hơn 10% khối lượng, và tỉ lệ tổng hàm lượng (b) của Dy và Tb ở pha biên đối với tổng hàm lượng (a) của Dy và Tb trong pha chính cao hơn 1 và hữu ích như một loại vật liệu nam châm thiêu kết. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất tấm hợp kim này.



Pha biên: Fe hầu như không có mặt

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các tấm hợp kim chứa đất hiếm thích hợp để sản xuất nam châm thiêu kết có độ từ dư (Br) và độ kháng từ (HcJ) cao và cân bằng, và phương pháp sản xuất các tấm hợp kim và nam châm thiêu kết sử dụng các tấm hợp kim.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nam châm thiêu kết hợp kim chứa đất hiếm có $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ như pha chính đã được biết đến là nam châm có hiệu suất cao nhất trong số các nam châm vĩnh cửu và được sử dụng, ví dụ, trong các động cơ khác nhau, như là mô tơ cuộn dây di động trong các ổ cứng máy vi tính và các động cơ phương tiện hỗn hợp, và trong thiết bị tiêu thụ điện.

Nam châm thiêu kết được sử dụng trong lĩnh vực tự động, thông thường cần phải có khả năng chịu nhiệt, lực kháng từ cao để ngăn sự khử từ nhiệt độ cao. Lực kháng từ cao này được truyền tới các nam châm thuộc loại này bằng sự điều tiết tối ưu của cấu trúc pha chính $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ và pha đậm đặc R (pha biên) có mặt ở các biên tinh thể giữa các hạt pha chính, và bằng cách chứa khoảng một vài phần trăm khối lượng đến 10 phần trăm khối lượng của Dy, mà hiếm hơn so với các nguồn tài nguyên thiên nhiên và tốn kém hơn so với Nd và Pr.

Tuy nhiên, nói chung, độ từ dư (Br) và độ kháng từ (HcJ) cân bằng nhau, vì vậy làm tăng hàm lượng Dy trong nam châm để cải thiện hiệu suất HcJ trong khi giảm Br.

Để ngăn chặn Br giảm trong khi cải thiện HcJ, là hiệu quả khi phân tán một cách có chọn lọc Dy hoặc Tb, mà có tính dị hướng từ cao hơn Nd hoặc Pr, không ở trong pha chính mà ở pha biên.

Công bố bằng sáng chế 1 bộc lộ rằng nam châm với độ kháng từ cao thu được

bằng cách tạo ra một lớp Dy và/hoặc Tb bằng cách phun qua nam châm đất hiếm thiêu kết, tiếp theo đó là xử lý nhiệt, để từ đó phân tán Dy và/hoặc Tb ở hàm lượng cao trong pha biên trên bề mặt của nam châm đất hiếm.

Các Công bố bằng sáng chế 2 và 3 bộc lộ rằng hiệu quả tương tự như bộc lộ ở Công bố bằng sáng chế 1 có thể đạt được bằng cách dính florua hoặc hydrua của Dy hoặc Tb lên bề mặt của nam châm đất hiếm nung kết, tiếp theo đó là xử lý nhiệt.

Công bố bằng sáng chế 1: JP-2005-175138-A

Công bố bằng sáng chế 2: JP-2006-303433-A

Công bố bằng sáng chế 3: WO 2008/120784

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Bằng các phương pháp được bộc lộ trong các Công bố bằng sáng chế từ 1 đến 3, tuy nhiên, Dy và Tb chỉ có nhiều gần bề mặt thân của nam châm thiêu kết đất hiếm và khó được phân bố ở hàm lượng cao thông qua pha biên.

Hơn nữa, đất hiếm chứa các tấm hợp kim chưa thiêu kết không được biết đến có pha chính $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, trong đó hàm lượng Dy và Tb pha biên cao hơn pha chính.

Một mục tiêu của sáng chế là đề xuất các tấm hợp kim chứa đất hiếm hữu ích trong việc sản xuất nam châm thiêu kết trong đó Br và HcJ có thể cao và cân bằng tốt theo hàm lượng Dy và/hoặc Tb, và nam châm thiêu kết sử dụng các tấm hợp kim này.

Một mục đích khác của sáng chế đó là đề xuất phương pháp sản xuất nam châm đất hiếm chứa các tấm hợp kim để việc sản xuất đất hiếm chứa tấm hợp kim chứa Dy và Tb ở hàm lượng cao ở pha biên hơn pha chính thuận tiện và dễ dàng.

Các nhà sáng chế hiện nay đã có những nghiên cứu chuyên sâu nhằm cho thấy rằng các vấn đề trên có thể khắc phục được, trong việc sản xuất đất hiếm chứa các tấm hợp kim có pha chính $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, tiếp xúc với ít nhất một nguồn cung cấp Dy và nguồn cung cấp Tb để các tấm hợp kim chính trong đó hàm lượng Fe ở pha biên giảm xuống,

tiếp theo đó xử lý nhiệt, và từ đó hoàn thiện sáng chế.

Theo sáng chế này, thành phần loại đất hiếm R-TM-A-M được cung cấp chứa các tấm hợp kim bao gồm:

không ít hơn 27% khối lượng và không nhiều hơn 40% khối lượng R đại diện cho ít nhất hai thành phần được chọn từ nhóm bao gồm Y, Sc, và các thành phần lantanoid có số nguyên tử từ 57 đến 71, với Nd và ít nhất một Dy và Tb là chủ yếu;

không ít hơn 0,7% khối lượng và không nhiều hơn 2% khối lượng A đại diện cho B, hoặc B và C;

không ít hơn 0% khối lượng và không nhiều hơn 3% khối lượng M đại diện cho ít nhất một phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, Hf, Ta, W, Pb, và Bi; và

TM cân bằng đại diện cho Fe, hoặc Fe và Co;

trong đó hàm lượng Dy và Tb trong R không ít hơn 0,1% khối lượng và không nhiều hơn 10% khối lượng,

trong đó tấm hợp kim nêu trên có cấu trúc có pha chính $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ và pha biên,

trong đó hàm lượng Fe trong pha biên này không nhiều hơn 10% khối lượng, và

trong đó tỷ lệ của tổng hàm lượng (b) của Dy và Tb trong pha biên nêu trên đối với tổng hàm lượng (a) của Dy và Tb trong pha chính cao hơn 1 (đôi khi được đề cập như các tấm hợp kim dưới đây).

Sáng chế này cũng đề xuất phương pháp sản xuất các tấm hợp kim này, phương pháp này bao gồm các bước sau:

(I) làm nóng chảy nguyên liệu thô chứa R được chọn từ nhóm bao gồm Y, Sc, và thành phần lantanoid có số nguyên tử từ 57 đến 64 và 67 đến 71, với Nd là chủ yếu: A đại diện cho B, hoặc B và C: M đại diện cho ít nhất một phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, Hf, Ta, W, Pb,

và Bi: và TM đại diện cho Fe, hoặc Fe và Co;

(II) làm nguội và làm đông đặc nguyên liệu thô đã nóng chảy để điều chế tiền chất của các tấm hợp kim chính;

(III) xử lý nhiệt tiền chất của các tấm hợp kim thu được nêu trên từ bước (II) để thu được các tấm hợp kim chính;

(IV) cho tiếp xúc ít nhất một nguồn cung cấp Dy và một nguồn cung cấp Tb với các tấm hợp kim chính; và

(V) xử lý nhiệt, sau bước (IV), để phân tán ít nhất Dy và Tb trong các tấm hợp kim chính nêu trên.

Sáng chế này còn đề xuất nam châm thiêu kết thu được bằng cách thiêu kết sản phẩm đổ khuôn của các tấm hợp kim được nghiền nát.

Các tấm hợp kim này, trong đó thành phần hợp kim đặc biệt và cấu trúc được trình bày ở trên, và hàm lượng Dy và/ hoặc Tb được quy định trong pha chính và pha biên, hữu ích trong việc sản xuất nam châm thiêu kết có Br và HcJ cao và cân bằng, theo hàm lượng của Dy và/ hoặc Tb.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế này bao gồm bước (III) tạo ra hợp kim chính có hàm lượng Fe ở pha biên giảm, và bước (V) xử lý nhiệt sau bước (IV), làm cho việc sản xuất các tấm hợp kim dễ dàng và thuận tiện hơn mà trong đó Dy và Tb được chứa với hàm lượng ở pha biên cao hơn so với pha chính.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là hình ảnh sơ đồ thể hiện cách Fe có mặt trong các tấm hợp kim theo sáng chế này đã được điều chế trong Ví dụ 1.

Fig. 2 là hình ảnh sơ đồ thể hiện cách Fe có mặt trong nam châm thiêu kết này được điều chế ở Ví dụ so sánh 1.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế giờ đây sẽ được giải thích chi tiết.

Các tấm hợp kim chứa đất hiếm loại R-TM-A-M-theo sáng chế này được đặc trưng bởi thành phần đặc biệt, cấu trúc có pha chính bốn cạnh $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ và pha biên với hàm lượng yếu tố đất hiếm cao hơn pha chính, và hàm lượng Dy hoặc Tb trong pha biên cao hơn pha chính. Ngẫu nhiên, các tấm hợp kim này không được thiêu kết và sử dụng như là nguyên liệu thô để làm nam châm thiêu kết, ví dụ, cần thiêu kết trong sản xuất nam châm. Do đó, có thể phân biệt rõ ràng các mảnh nam châm này so với loại không được xử lý nhiệt, thân nam châm thiêu kết mà bề mặt Dy và/hoặc Tb tiếp xúc, được bộc lộ trong các Công bố bằng sáng chế 1 đến 3.

Trong hợp kim loại R-TM-A-M này, R là ít nhất hai thành phần được chọn từ nhóm bao gồm Y, Sc, và thành phần lantanoid có số nguyên tử 57 đến 71, và chủ yếu bao gồm Nd và ít nhất một Dy và Tb. Thành phần lantanoid có số nguyên tử 57 đến 71 là La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb và Lu.

Trong tấm hợp kim này, hàm lượng R không ít hơn 27% khối lượng và không nhiều hơn 40% khối lượng, và hàm lượng thấp nhất tốt hơn là 28% khối lượng và hàm lượng cao nhất tốt hơn là 35% khối lượng, tốt hơn nữa là 33% khối lượng. Ở ít nhất hơn 27% khối lượng, hàm lượng $\alpha\text{-Fe}$ trong các tấm hợp kim có thể cao. Ở hơn 40% khối lượng, Br của nam châm thiêu kết làm cho các tấm hợp kim có thể thấp.

Tổng hàm lượng của Dy và Tb, ít nhất một trong số các thành phần chủ yếu, trong R tốt hơn là không ít hơn 0,1% khối lượng và không nhiều hơn 10% khối lượng, tốt hơn nữa là không ít hơn 0,3% khối lượng và không nhiều hơn 8% khối lượng, tốt nhất là không ít hơn 0,3% khối lượng và không nhiều hơn 7% khối lượng. Như đã được trình bày sau đó, tốt hơn là càng nhiều Dy và Tb tách biệt trong pha biên, nhưng ít hơn 10% khối lượng, Dy và Tb có thể cùng được kết hợp trong pha chính để làm mất

đi hiệu suất nam châm của nam châm thiêu kết tạo nên các tấm hợp kim. Ở khoảng ít hơn 0,1% khối lượng, hiệu quả cải thiện hiệu suất nam châm có thể không đạt được.

Hàm lượng Nd, mà chủ yếu là phần tử trong R, tốt hơn là không ít hơn 9% khối lượng và không nhiều hơn 39,9% khối lượng, tốt hơn là không ít hơn 9% khối lượng và không nhiều hơn 39,7% khối lượng.

Trong các tấm hợp kim này, A đại diện cho B, hoặc B và C. Khi A bao gồm C, số nguyên tử tốt hơn là nhỏ hơn số nguyên tử của B.

Trong các tấm hợp kim này, hàm lượng A không ít hơn 0,7% khối lượng và không nhiều hơn 2% khối lượng, và tốt hơn là hàm lượng nhỏ nhất là 1,5% khối lượng, tốt hơn nữa là 1,2% khối lượng, tốt nhất là 1% khối lượng. Với hàm lượng của A ngoài phạm vi nêu trên, hiệu suất nam châm của nam châm thiêu kết của các tấm hợp kim có thể yếu.

Khi số nguyên tử C lớn hơn số nguyên tử của B, một lượng lớn cacbua được hình thành trong nam châm làm từ các tấm hợp kim để giảm Br.

Trong các tấm hợp kim này, M là một phần tử ít nhất được chọn từ nhóm bao gồm Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, Hf, Ta, W, Pb, và Bi.

Hàm lượng của M trong các tấm hợp kim này không ít hơn 0% khối lượng và không nhiều hơn 3% khối lượng. Để cải thiện tính từ và các tính chất vật lý của nam châm thiêu kết làm từ các tấm hợp kim, phạm vi hàm lượng của M là thích hợp.

Tốt hơn là ít nhất M là một phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Al, Cu, và Si, và đặc biệt tốt hơn là bao gồm Si để cải thiện đáng kể sự phân tán và phân bố của Dy và/ hoặc Tb trong pha biên và cải thiện đáng kể HcJ. Trong trường hợp này, hàm lượng Si tốt hơn là không ít hơn 0,1% khối lượng.

Trong các tấm hợp kim này, TM là Fe, hoặc Fe và Co.

Hàm lượng TM trong các tấm hợp kim này là số dư còn lại sau khi trừ đi tổng R, A, M và các thành phần không thể tránh khỏi của 100% khối lượng.

Khi TM bao gồm Co, hàm lượng của Co tốt hơn là không ít hơn 0,1% khối lượng và không nhiều hơn 5% khối lượng.

Cấu trúc của các tấm hợp kim này có pha chính $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ bốn góc và pha biên có hàm lượng các thành phần đất hiếm cao hơn pha chính.

Một số lượng rất ít của các giai đoạn khác chắc chắn được hình thành có thể được bao hàm tùy ý.

Trong các tấm hợp kim này, hàm lượng Fe ở pha biên không nhiều hơn 10% khối lượng, tốt hơn là không ít hơn 5% khối lượng. Hàm lượng Fe nhỏ nhất trong pha biên tốt hơn là càng nhỏ càng tốt để duy trì Dy và/hoặc Tb ở pha biên, và thông thường khoảng 1% khối lượng.

Trong các tấm hợp kim này, tỷ lệ tổng khối lượng (b) của Dy và Tb ở pha biên đối với tổng khối lượng (a) của Dy và Tb ở pha chính, nói cách khác, (b)/(a), cao hơn 1, tốt hơn là không thấp hơn 10. Với (b)/(a) không cao hơn 1, hiệu quả của sáng chế của Br và HcJ cao và cân bằng theo Dy và/hoặc hàm lượng Tb không thể đạt được.

Các tấm hợp kim này có độ dày tốt hơn là không mỏng hơn 0,01 mm và không dày hơn 5 mm. Độ dày lớn hơn 5 mm, các cấu trúc mong muốn có thể không đạt được.

Có thể thu được các tấm hợp kim này, ví dụ, bằng phương pháp sản xuất sáng chế này, nhưng không bị giới hạn thêm.

Phương pháp sản xuất sáng chế này bao gồm bước (I) làm nóng chảy nguyên liệu thô bao gồm R được chọn từ Y, Sc, và các thành phần lantanoid có số nguyên tử từ 57 đến 64 và 67 đến 71, với chủ yếu là Nd: A đại diện cho B, hoặc B và C: M đại diện cho ít nhất một phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, Hf, Ta, W, Pb, và Bi: và TM đại diện cho Fe, hoặc Fe và

Co.

Hàm lượng tương ứng của R, TM, A, và M ở bước (I) có thể được lựa chọn phù hợp để đạt được phạm vi hàm lượng tương ứng của R, TM, A và M trong các tấm hợp kim đã trình bày ở trên.

Nguyên liệu thô có thể được nung chảy theo cách thông thường, ví dụ trong nồi nung ở môi trường khí trơ, như là môi trường Ar, thông thường dưới áp lực môi trường giảm, tốt hơn là 1400 đến 1600°C.

Phương pháp sản xuất của sáng chế này bao gồm bước (II) làm mát và làm đông đặc nguyên liệu thô đã nóng chảy để điều chế tiền chất của các tấm hợp kim chính.

Việc làm mát và làm đông đặc có thể được thực hiện, ví dụ, đổ khuôn dải, thông thường như là làm nguội nhanh con lăn đơn. Tốt hơn là làm nguội nhanh ở khuôn kể từ khi pha chính được hình thành.

Độ dày của tấm hợp kim tiền chất thu được từ bước (II) tốt hơn là không mỏng hơn 0,01 mm và không dày hơn 5 mm.

Tiền chất của các tấm hợp kim chính thường có cấu trúc hợp kim chứa lượng nhỏ hơn ở pha chính và lượng lớn hơn ở pha biên, vì pha biên được làm đông đặc trong trạng thái không cân bằng, với pha chính không kết tủa còn lại trong đó. Pha biên này chứa một trong những thành phần của pha chính, Fe, với lượng lớn, thông thường lớn hơn khoảng 25% khối lượng. Sự có mặt của lượng lớn Fe ở pha biên ngăn cản sự có mặt của đất hiếm hạng nặng, như là Dy và Tb, góp phần cải thiện hiệu suất nam châm, ở pha biên với tỷ lệ cao. Điều này là bởi vì Dy và Tb có độ dính bám đối với Fe cao hơn so với Nd, và di chuyển với Fe từ pha biên đến pha chính ở bước (IV) được trình bày sau này. Điều này dẫn đến HcJ cao nhưng bất lợi là thấp hơn Br. Theo quan điểm này, trong phương pháp sản xuất sáng chế này, bước tiếp theo (III) được thực hiện.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế này bao gồm bước (III) xử lý nhiệt tiền chất của

tắm hợp kim chính thu được từ bước (II) để thu được các tấm hợp kim chính.

Trong bước (III), việc xử lý nhiệt có thể được thực hiện dưới điều kiện gây ra sự dịch chuyển của Fe ở pha biên đối với pha chính để giảm hàm lượng Fe ở pha biên trong tiền chất của các tấm hợp kim chính thu được từ bước (II). Ví dụ cụ thể các điều kiện xử lý nhiệt thông thường có thể không thấp hơn 500°C và không cao hơn 1000°C, tốt hơn là không thấp hơn 700°C và không cao hơn 900°C, thường trong 1 phút đến 20 tiếng, tốt hơn là trong 10 phút đến 10 tiếng. Ở khoảng thấp hơn 500°C, phải mất một thời gian dài để Fe di chuyển từ pha biên đến pha chính, mà không được ưu tiên, trong khi đó ở khoảng 1000°C, khó để điều chỉnh hàm lượng Fe ở pha biên, mà không được ưu tiên.

Tốt hơn là môi trường của khí trơ, như là khí ga, hoặc chân không. Cách thức xử lý nhiệt có thể là, ví dụ, điện nhiệt, sấy bằng tia hồng ngoại hoặc tần số cao.

Trong các tấm hợp kim chính thu được từ bước (III), tốt hơn là hàm lượng Fe ở pha biên thường không cao hơn 10% khối lượng.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế này bao gồm bước (IV) tiếp xúc với ít nhất một trong các nguồn cung cấp của Dy và nguồn cung cấp Tb với các tấm hợp kim chính.

Nguồn cung cấp Dy hoặc nguồn cung cấp Tb có thể là, ví dụ, kim loại Dy; kim loại Tb; halogen của Dy hoặc Tb, như là clorua hoặc florua, ví dụ DyF_3 hoặc TbF_3 ; oxit của Dy hoặc Tb, như là Dy_2O_3 hoặc Tb_2O_3 ; muối axit hữu cơ của Dy hoặc Tb, như oxiflorua, cacbonat, oxalat, hoặc axetat; hoặc hydrua của Dy hoặc Tb, như DyH_2 hoặc TbH_2 .

Sự tiếp xúc của nguồn cung cấp Dy và/ hoặc nguồn cung cấp đến các tấm hợp kim chính có thể được thực hiện bằng cách thông thường. Tốt hơn là lượng tiếp xúc với tấm hợp kim chính được lựa chọn phù hợp do đó lượng Dy và Tb trong R ở các tấm

hợp kim hiệu quả không ít hơn 0,1% khối lượng và không nhiều hơn 10% khối lượng.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế này bao gồm bước (V) xử lý nhiệt, sau bước (IV), để phân tán ít nhất một trong số Dy và Tb trong các tấm hợp kim chính.

Trong bước (V), Dy và/ hoặc Tb tiếp xúc ở bước (IV) bị phân tán ở pha biên của hợp kim chính. Điều này là bởi vì, trong hợp kim chính, độ nóng chảy ở pha biên thấp hơn pha chính, do đó dễ dàng để kết hợp Dy và/hoặc Tb vào pha biên.

Trong bước (V), nhiệt độ xử lý nhiệt tốt hơn là không thấp hơn 500°C và không cao hơn 1000°C, tốt hơn nữa là không thấp hơn 700°C và không cao hơn 900°C. Ở khoảng thấp hơn 500°C, điều này gây bất lợi một thời gian dài khi để Dy và/hoặc Tb để phân tán ở pha biên, trong khi đó ở khoảng 1000°C, pha biên có thể bị hóa lỏng và tách lỏng, pha chính được làm thành hạt thô, hoặc thậm chí mỗi hợp kim có thể bị nung chảy phụ thuộc vào thành phần của nó.

Có thể lựa chọn thời gian xử lý nhiệt phù hợp, cần chú ý đến cách làm nóng, nhiệt độ xử lý nhiệt, hoặc các yếu tố tương tự, và tốt hơn là từ 1 phút đến 20 tiếng, tốt hơn nữa là từ 10 phút đến 10 tiếng.

Môi trường để xử lý nhiệt tốt hơn là khí ga, hoặc chân không. Cách thức làm nóng không bị giới hạn cụ thể miễn là hợp kim có thể được làm nóng đến nhiệt độ mong muốn, ví dụ, điện nhiệt hoặc tần số cao hoặc sấy bằng tia hồng ngoại.

Nam châm thiêu kết theo sáng chế này có thể thu được bằng cách thiêu kết sản phẩm đã đổ khuôn của những tấm hợp kim được nghiền nát.

Cụ thể là, nam châm thiêu kết có thể thu được bằng cách, ví dụ, nghiền nát các tấm hợp kim thành kích thước hạt mong muốn theo cách thông thường, như là nổ hydro hoặc tán thành bột cơ học, chuẩn bị sản phẩm đổ khuôn theo hình dạng mong muốn dưới áp lực, và thiêu kết sản phẩm đổ khuôn đã thu được trong từ trường mong muốn.

Việc thiêu kết có thể được thực hiện trong điều kiện thông thường được biết đến, ví dụ, bằng cách làm nóng trong môi trường của khí trơ, chẳng hạn như khí hiếm, chân không, không thấp hơn 1050°C từ 1 đến 10 tiếng.

Sau khi thiêu kết, xử lý nhiệt thông thường tốt hơn là có thể được thực hiện đồng nhất.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế này sẽ được giải thích chi tiết tham chiếu đến các ví dụ và ví dụ so sánh, mà không có ý định hạn chế sáng chế này.

Ví dụ 1

1. Điều chế tiền chất của các tấm hợp kim chính

Nguyên liệu thô được điều chế để có thành phần thể hiện trong Bảng 1, được nung chảy trong lò tần suất cao (được sản xuất bởi SANTOKU CORPORATION), và đổ khuôn dài để thu được tiền chất của hợp kim chính loại R-TM-A-M. Cụ thể là, nguyên liệu thô được đưa vào nồi nung nhôm, và nung chảy trong lò tần suất cao. Các điều kiện đúc như sau. Đầu tiên, việc nung chảy được thực hiện ở 1500°C trong môi trường Ar ở 0,5 atm, và sau đó kim loại nung chảy thu được được làm nguội và đông đặc thành từng mảnh mỏng bằng cách làm nguội nhanh con lăn đơn bằng nước, từ đó thu được tiền chất của các tấm hợp kim. Độ dày trung bình của tiền chất của hợp kim khoảng 300 μm . Thành phần của nguyên liệu thô của các tấm hợp kim chính được thể hiện trong Bảng 1.

2. Điều chế các tấm hợp kim chính

Tiền chất của các tấm hợp kim chính thu được được xử lý nhiệt ở 900°C trong môi trường Ar ở 1 atm trong 5 tiếng để thu được các tấm hợp kim chính. Ở đây, việc xử lý nhiệt được thực hiện trong SVSGgr20/20 sản xuất bởi SHIMADZU MECTEM, INC. Các điều kiện xử lý nhiệt tiền chất của các tấm hợp kim chính được thể hiện trong

Bảng 2.

3. Xử lý nhiệt phân tán Dy và/ hoặc Tb

Các tấm hợp kim chính thu được được ngâm trong dung dịch 10% trọng lượng etanol DyF_3 khoảng 10 phút, và được loại bỏ bằng cách sấy chân không để phủ DyF_3 lên bề mặt của các tấm hợp kim chính.

Sau đó, các tấm hợp kim được phủ DyF_3 được xử lý nhiệt ở 900°C trong môi trường Ar ở 1 atm trong 3 tiếng để phân tán Dy ở pha biên, từ đó thu được các tấm hợp kim loại R-TM-A-M ở Ví dụ 1. Cách xử lý này cũng được thực hiện trong các thiết bị xử lý nhiệt trình bày ở quy trình 2 ở trên.

Các điều kiện xử lý nhiệt phân tán được thể hiện ở Bảng 2. Thành phần của các tấm hợp kim loại R-TM-A-M theo Ví dụ 1 và hàm lượng ở pha biên được thể hiện ở Bảng 3. Hơn nữa, tỉ lệ (b)/(a) của hàm lượng (b) của Dy + Tb ở pha biên đối với hàm lượng (a) của Dy + Tb ở pha chính cũng được thể hiện ở Bảng 3.

Ở đây, hàm lượng của mỗi phần tử được thể hiện ở Bảng 3 được xác định bởi WDS (Phổ tán sắc bước sóng tia X) sử dụng thiết bị vi phân tích đầu dò điện tử phát xạ trường JXA-8530F sản xuất bởi JOEL LTD, và xác định ZAF. Kết quả được thể hiện ở Fig. 1, đó là bản sao của hình ảnh thể hiện Fe có mặt trong các tấm hợp kim của sáng chế này được điều chế ở Ví dụ 1 như thế nào. Ở Fig. 1, phần màu đen chỉ ra rằng hầu như không có Fe.

4. Điều chế nam châm nung kết

Các tấm hợp kim loại R-TM-A-M- thu được được nổ hydro ở nhiệt độ phòng trong môi trường hydro ở 1 atm trong 3 tiếng. Sau đó bột hydro nổ lách tách thu được được nghiền thêm trong khí nitơ trong máy nghiền phun tại 0,5 MPa để thu được bột hợp kim có đường kính trung bình D50 là $5\mu\text{m}$. Ở đây, D50 là kích thước trung bình và được đo bằng HELOS và RODOS – T4,1 sản xuất bởi SYMPATEC GMBH.

Sử dụng CM-5S sản xuất bởi COSMO ENGINEERING CO., LTD., 5g bột hợp kim thu được được đúc áp lực dưới áp lực 2 t/cm² trong từ trường 1,5 T (tesla) để thu được sản phẩm đúc hình hộp chữ nhật. Tiếp theo, sản phẩm đúc được thiêu kết trong môi trường chân không ở 1050°C trong 4 tiếng, và sau đó để lâu trong chân không ở 500°C trong 1 tiếng, để từ đó thu được nam châm thiêu kết hình hộp chữ nhật.

5. Đánh giá hiệu suất của nam châm

Nam châm thiêu kết thu được được đo bởi Br và HcJ với TRF-5BH-25 sản xuất tự động bởi TOEI INDUSTRY CO., LTD. Kết quả được thể hiện ở Bảng 4.

Các ví dụ 2, 6, 7, 9, và 10

Các tấm hợp kim chính, các tấm hợp kim loại R-TM-A-M, và nam châm thiêu kết được điều chế theo cách giống nhau ở Ví dụ 1, ngoại trừ thành phần nguyên liệu thô tiền chất của các tấm hợp kim chính được thay đổi như thể hiện ở Bảng 1, các điều kiện xử lý nhiệt của tiền chất của các tấm hợp kim chính, nguồn cung cấp Dy hoặc Tb, và các điều kiện xử lý nhiệt phân tán thể hiện ở Bảng 2, và phương thức tiếp xúc Dy hoặc Tb đối với tấm hợp kim chính được thay đổi để kết tủa hơi như trình bày dưới đây. Kết quả đo và đánh giá này được thực hiện theo cách giống nhau như trong Ví dụ 1 được thể hiện ở Bảng 3 và 4.

Kết tủa hơi được thực hiện bằng cách đặt các tấm hợp kim chính và Dy hoặc nguồn cung cấp Tb cạnh nhau trong thiết bị xử lý nhiệt, làm nóng để làm bay hơi Dy hoặc Tb khỏi nguồn cung cấp của nó, và làm cho kim loại bốc hơi để lắng đọng trên các tấm hợp kim chính.

Các ví dụ 3, 4, 5, 8, và 11

Các tấm hợp kim chính, các tấm hợp kim loại R-TM-A-M, và nam châm thiêu kết được điều chế theo cách giống nhau trong Ví dụ 1, ngoại trừ thành phần nguyên liệu thô của tiền chất của các tấm hợp kim chính được thay đổi như thể hiện trong Bảng

1, các điều kiện xử lý nhiệt của tiền chất của các tấm hợp kim chính, nguồn cung cấp Dy hoặc Tb, và các điều kiện xử lý nhiệt phân tán đã được thể hiện ở Bảng 2. Các kết quả đo lường và đánh giá được thực hiện theo cách giống nhau ở Ví dụ 1 và thể hiện ở Bảng 3 và 4.

Trong tất cả các ví dụ, hàm lượng Fe ở pha biên của các tấm hợp kim loại R-TM-A-M không cao hơn 4% khối lượng. Tuy nhiên, hàm lượng Fe ở pha biên của tiền chất của các tấm hợp kim chính từ 30 đến 35% khối lượng, mà so sánh với các hàm lượng trong các ví dụ so sánh được thể hiện ở Bảng 3, bởi vì hàm lượng được đo trước khi xử lý nhiệt.

Ví dụ so sánh 1

Nam châm thiêu kết được điều chế bằng cách điều chế tiền chất của tấm hợp kim chính theo cùng một cách như trong Ví dụ 1, và sau đó tiền chất thu được tuân theo quy trình mô tả trong quy trình 4 được trình bày ở trên. Sau đó, nam châm thiêu kết đã thu được phải xử lý nhiệt phân tán được mô tả ở quy trình 3 ở trên. Nam châm thiêu kết thu được phải theo WDS theo cùng một cách ở Ví dụ 1, và kết quả được thể hiện ở Fig. 2, là bản sao của hình vẽ thể hiện Fe có mặt như thế nào trong nam châm thiêu kết so sánh ở Ví dụ so sánh 1. Ở Fig. 2, phần màu đen cho thấy Fe hầu như không có mặt. Sau đó, hiệu suất nam châm được đánh giá như mô tả ở Quy trình 5 ở trên. Kết quả được thể hiện ở Bảng 4.

Ví dụ so sánh 2 đến 4

Hai loại tiền chất của các tấm hợp kim chính được điều chế theo cách giống nhau ở Ví dụ 1 sử dụng hai mảnh kim loại thô có thành phần tương ứng thể hiện theo một cặp ở trên và hàng thấp hơn ở Bảng 1. Sau đó, các tiền chất của các tấm hợp kim có thành phần tương ứng thu được ở hàng trên và dưới được pha trộn với nhau theo tỉ lệ 95:5 ở Ví dụ so sánh 2 và 4, và 90:10 ở Ví dụ so sánh 3, và nam châm thiêu kết được

điều chế theo quy trình mô tả trong quy trình 4 ở trên.

Nam châm thiêu kết thu được đánh giá hiệu suất nam châm theo quy trình điều chế mô tả quy trình 5 ở trên. Các kết quả được thể hiện ở Bảng 4.

Ví dụ so sánh 5

Các tấm hợp kim loại R-TM-A-M thể hiện ở Bảng 3 được điều chế theo cách giống nhau ở Ví dụ 1, ngoại trừ các tấm hợp kim chính không được điều chế theo Quy trình 2 ở trên, nhưng tiền chất của các tấm hợp kim chính của được sử dụng như là các tấm hợp kim chính, sau đó nam châm thiêu kết được điều chế từ các tấm hợp kim chính theo cách giống nhau trong Ví dụ 1, và hiệu suất nam châm được đánh giá. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

BẢNG 1

	Thành phần nguyên liệu thô của tiền chất của tám hợp kim chính (% khối lượng)								
	Nd	Pr	Dy	Fe	Co	B	Al	Cu	Si
Ví dụ 1	30,9	0	0	Cân bằng *1	0,93	1	0,25	0,12	0
Ví dụ 2	32,1	0	0	Cân bằng	4	1,14	0,11	0,41	0
Ví dụ 3	30,2	0	0	Cân bằng	0,5	0,98	0,29	0,56	0
Ví dụ 4	30,7	0	0	Cân bằng	1,13	0,95	0,35	0,24	0
Ví dụ 5	32,5	0	0	Cân bằng	2,45	1,05	0,47	0,33	0
Ví dụ 6	27,3	4,3	0	Cân bằng	3,37	1,01	0,52	0,28	0
Ví dụ 7	23,9	6,2	0	Cân bằng	0,25	0,93	0,31	0,47	0
Ví dụ 8	20	11,2	0	Cân bằng	1,86	1,08	0,16	0,15	0
Ví dụ 9	15,5	13,9	0	Cân bằng	2,01	1,02	0,44	0,51	0
Ví dụ 10	10,2	18,4	0	Cân bằng	1,36	1,18	0,56	0,39	0
Ví dụ 11	29,1	5	0	Cân bằng	0,94	1,02	0,23	0,11	0,64
Ví dụ so sánh 2	24	6	0	Cân bằng	0	1	0,2	0	0
	10	0	26	Cân bằng	10	0	0,5	2	0
Ví dụ so sánh 3	29	0	0	Cân bằng	0	1	0,2	0	0
	5	0	26	Cân bằng	5	0	0,3	1	0
Ví dụ so sánh 4	23	0	6	Cân bằng	0,5	1	0,2	0	0
	10	0	26	Cân bằng	0	0	0,5	2	0

*1 Cân bằng : cân bằng (100 % khối lượng- tổng % khối lượng của các thành phần khác)

BẢNG

2

	Xử lý nhiệt tiền chất của tâm hợp kim chính				Xử lý nhiệt phân tán				
	Nhiệt độ (°C)	Áp lực (atm)	Môi trường	Thời gian (giờ)	Nguồn cung cấp	Nhiệt độ (°C)	Áp lực (atm)	Môi trường	Thời gian (giờ)
Ví dụ 1	900	1	Ar	5	DyF ₃	900	1	Ar	3
Ví dụ 2	900	1	Ar	10	Dy	800	0	chân không	10
Ví dụ 3	800	1	Ar	3	Dy ₂ O ₃	700	1	Ar	7
Ví dụ 4	800	0	chân không	7	Tb ₂ O ₃	900	0	chân không	1
Ví dụ 5	700	1	Ar	8	TbF ₃	900	0	chân không	2
Ví dụ 6	700	1	Ar	10	Dy	700	1	Ar	10
Ví dụ 7	900	1	Ar	2	DyFe	800	1	Ar	2
Ví dụ 8	900	0	chân không	6	DyF ₃	900	0	chân không	8
Ví dụ 9	800	1	Ar	1	Tb	800	1	Ar	1
Ví dụ 10	700	1	Ar	4	Tb	800	0	chân không	5
Ví dụ 11	900	1	Ar	3	DyF ₃	750	1	Ar	3
Ví dụ so sánh 1	không được thực hiện				DyF ₃	900	1	Ar	3
Ví dụ so sánh 2	Như trên				không được thực hiện				
Ví dụ so sánh 3	Như trên				Như trên				
Ví dụ so sánh 4	Như trên				Như trên				
Ví dụ so sánh 5	Như trên				DyF ₃	900	1	Ar	3

BẢNG 3

	Thành phần tấm hợp kim loại R-TM-A-M (%khối lượng)										Hàm lượng Fe trong tấm hợp kim (% khối lượng)	(b) / (a) * ²
	R				TM		A	M				
	Nd	Pr	Dy	Tb	Fe	Co	B	Al	Cu	Si		
Ví dụ 1	27,4	0	2,9	0	cân bằng * ₁	0,93	1	0,25	0,12	0	1,84	35,3
Ví dụ 2	26	0	6,7	0	cân bằng	4	1,14	0,11	0,41	0	3,84	669
Ví dụ 3	29,3	0	0,7	0	cân bằng	0,5	0,98	0,29	0,56	0	3,05	22,3
Ví dụ 4	30,1	0	0	0,5	cân bằng	1,13	0,95	0,35	0,24	0	2,34	11,5
Ví dụ 5	31,2	0	0	1,1	cân bằng	2,45	1,05	0,47	0,33	0	3,51	17,3
Ví dụ 6	24,3	3,8	3,5	0	cân bằng	3,37	1,01	0,52	0,28	0	1,78	115,7
Ví dụ 7	21,9	5,3	5,1	0	cân bằng	0,25	0,93	0,31	0,47	0	2,65	254
Ví dụ 8	18,6	10,6	1,8	0	cân bằng	1,86	1,08	0,16	0,15	0	3,17	35
Ví dụ 9	14,7	13,2	0	0,9	cân bằng	2,01	1,02	0,44	0,51	0	1,45	21,5
Ví dụ 10	9,5	17,4	0	2	cân bằng	1,36	1,18	0,56	0,39	0	2,96	39
Ví dụ 11	27,6 3	4,69	2,5	0	cân bằng	0,94	1,02	0,23	0,11	0,6 4	1,92	24
Ví dụ so sánh 1	27,4	0	2,9	0	cân bằng	0,92	0,98	0,22	0,12	0	34,16	1,3
Ví dụ so sánh 2	29	5,7	1,3	0	cân bằng	0,5	1,05	0,22	0,1	0	29,3	0,1

Ví dụ so sánh 3	26,6	0	2,6	0	cân bằng	0,5	1,05	0,21	0,1	0	30,78	0,8
Ví dụ so sánh 4	22,4	0	7	0	cân bằng	0,73	1,05	0,21	0,1	0	29,92	0,4
Ví dụ so sánh 5	27,3	0	3	0	cân bằng	1	1	0,2	0,1	0	31,14	0,8

*1 cân bằng : cân bằng (100 % khối lượng -tổng % khối lượng của các thành phần khác)

*2 Tỷ lệ hàm lượng (b) của Dy + Tb trong pha biên đối với hàm lượng (a) của Dy + Tb trong pha chính

BẢNG 4

	Độ từ dư Br (T)	Độ kháng từ HcJ (kA/m)
Ví dụ 1	1,45	1696
Ví dụ 2	1,4	2373
Ví dụ 3	1,44	1305
Ví dụ 4	1,43	1320
Ví dụ 5	1,38	1406
Ví dụ 6	1,4	1807
Ví dụ 7	1,38	2090
Ví dụ 8	1,43	1499
Ví dụ 9	1,44	1380
Ví dụ 10	1,42	1576
Ví dụ 11	1,45	1703
Ví dụ so sánh 1	1,42	1500
Ví dụ so sánh 2	1,42	1321
Ví dụ so sánh 3	1,43	1496

Ví dụ so sánh 4	1,29	2355
Ví dụ so sánh 5	1,4	1512

Bảng 4 thể hiện rõ ràng rằng nam châm thiêu kết làm từ các tấm hợp kim loại R-A-M theo các ví dụ có hiệu suất cao, Br và HcJ, đều cao và cân bằng theo hàm lượng Dy hoặc Tb, khi so sánh với nam châm thiêu kết làm từ các tấm hợp kim ở các Ví dụ so sánh.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Tấm hợp kim chứa đất hiếm loại R-TM-A-M có thành phần bao gồm:

không ít hơn 27% khối lượng và không nhiều hơn 40% khối lượng R đại diện cho ít nhất hai phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Y, Sc, và các phần tử lantanit có số lượng nguyên tử từ 57 đến 71, với Nd và ít nhất một trong số Dy và Tb là chủ yếu;

không ít hơn 0,7% khối lượng và không nhiều hơn 2% khối lượng A đại diện cho B, hoặc B và C;

không ít hơn 0% khối lượng và không nhiều hơn 3% khối lượng M đại diện cho ít nhất một phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Al, Si và Cu; và

còn lại là TM đại diện cho Fe, hoặc Fe và Co;

trong đó hàm lượng Nd trong tấm hợp kim này không ít hơn 9% khối lượng và không nhiều hơn 39,9% khối lượng;

trong đó hàm lượng Dy và Tb trong R không ít hơn 0,1% khối lượng và không nhiều hơn 10% khối lượng,

trong đó tấm hợp kim này có cấu trúc bao gồm pha chính $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ và pha biên,

trong đó hàm lượng Fe trong pha biên này không nhiều hơn 5% khối lượng, và

trong đó tỷ lệ của tổng hàm lượng (b) của Dy và Tb trong pha biên này so với tổng hàm lượng (a) của Dy và Tb trong pha chính này không ít hơn 10;

trong đó hàm lượng Fe trong pha biên này và tỷ lệ của tổng hàm lượng (b) của Dy và Tb trong pha biên này so với tổng hàm lượng (a) của Dy và Tb trong pha chính này được xác định bởi phổ tán sắc bước sóng tia X và sự xác định ZAF.

2. Tấm hợp kim theo điểm 1, trong đó tấm hợp kim này có độ dày trung bình không mỏng hơn 0,01 mm và không dày hơn 5 mm.

3. Phương pháp sản xuất tấm hợp kim chứa đất hiếm theo điểm 1, phương pháp này

bao gồm các bước sau:

(I) làm nóng chảy nguyên liệu thô chứa R được chọn từ nhóm bao gồm Y, Sc, và phần tử lantanoit có số lượng nguyên tử từ 57 đến 64 và 67 đến 71, với Nd là chủ yếu; A đại diện cho B, hoặc B và C; M đại diện cho ít nhất một phần tử được chọn từ nhóm bao gồm Al, Si và Cu; và TM đại diện cho Fe, hoặc Fe và Co;

(II) làm nguội và làm đông đặc nguyên liệu thô đã nóng chảy này để điều chế tiền chất của các tấm hợp kim chính;

(III) nung nóng tiền chất của các tấm hợp kim chính thu được từ bước (II) ở nhiệt độ không ít hơn 500°C và không cao hơn 1000°C để thu được các tấm hợp kim chính;

(IV) cho tiếp xúc ít nhất một trong số kim loại Dy, kim loại Tb, halogenua của Dy, halogenua của Tb, oxit của Dy, oxit của Tb, muối axit hữu cơ của Dy, muối axit hữu cơ của Tb, hydrua của Dy, hoặc hydrua của Tb với các tấm hợp kim chính này; và

(V) nung nóng ở nhiệt độ không ít hơn 500°C và không cao hơn 1000°C, sau bước (IV), để phân tán ít nhất một trong số Dy và Tb trong các tấm hợp kim chính này.

4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó ở bước (II), nguyên liệu thô nóng chảy được làm nguội và đông đặc đến độ dày không mỏng hơn 0,01 mm và không dày hơn 5 mm.

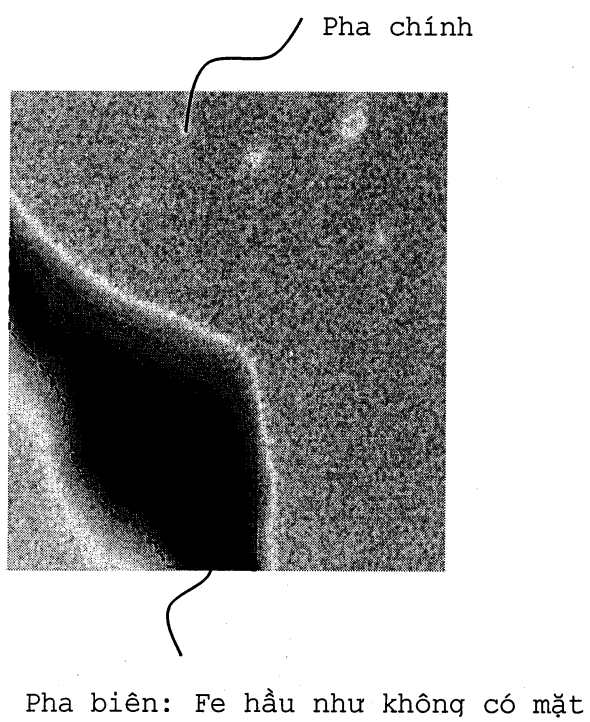


Fig. 1

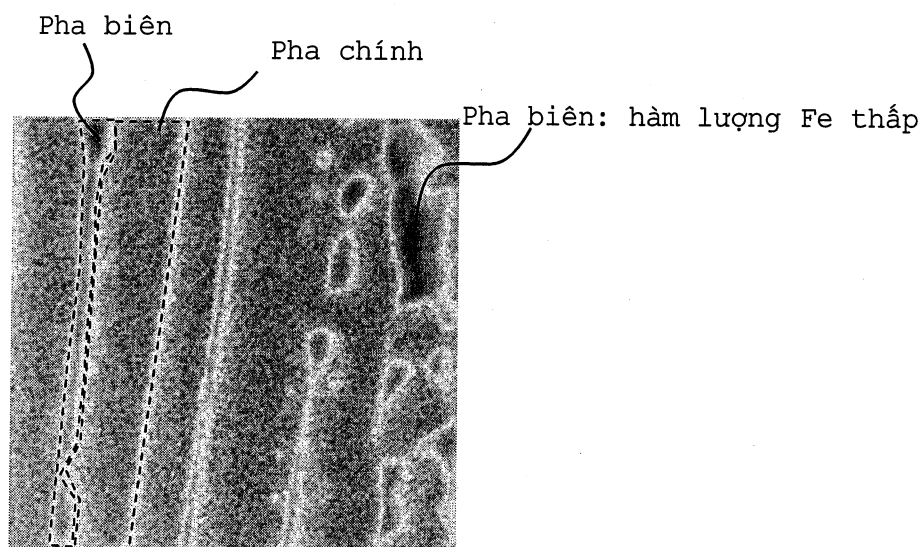


Fig. 2