



(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)



1-0029373

(51)⁷ H01F 1/057; B22F 3/24; B22F 9/02; (13) B
H01F 41/02; C22C 33/02; B22F 3/10;
B22F 9/04

(21) 1-2016-01129

(22) 30/03/2016

(30) 2015-072228 31/03/2015 JP; 2016-025511 15/02/2016 JP

(45) 25/09/2021 402

(43) 25/10/2016 343A

(73) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)

6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan

(72) Koichi HIROTA (JP); Hiroaki NAGATA (JP); Tetsuya KUME (JP); Masayuki KAMATA (JP); Hajime NAKAMURA (JP).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) NAM CHÂM THIÊU KẾT TRÊN CƠ SỞ R-FE-B CÓ ĐỘ KHÁNG TỪ CAO VÀ PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO NAM CHÂM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến nam châm thiêu kết R-Fe-B chủ yếu chứa 12-17% Nd, Pr và R, 0,1-3% nguyên tử M₁, 0,05-0,5% nguyên tử M₂, từ 4,8+2*m đến 5,9+2*m% nguyên tử B, và phần còn lại là Fe, chứa pha chính là hợp chất liên kim loại R₂(Fe,(Co))₁₄B, và có cấu trúc lõi/vỏ mà trong đó pha chính được bao phủ bằng pha biên hạt. Nam châm thiêu kết này có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe), mặc dù nó chứa Dy, Tb và Ho với lượng nhỏ hoặc bằng không. Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp chế tạo nam châm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B có độ kháng từ cao.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong khi nam châm thiêu kết Nd-Fe-B, dưới đây được gọi là nam châm Nd, được coi là vật liệu chức năng cần thiết để tiết kiệm năng lượng và cải thiện tính năng, phạm vi ứng dụng và khối lượng sản xuất của chúng đang được mở rộng mỗi năm. Vì nhiều ứng dụng hoạt động ở nhiệt độ cao, nên nam châm Nd không chỉ cần phải có độ từ dư cao mà còn cần phải có độ kháng từ cao. Mặt khác, do độ kháng từ của nam châm Nd dễ bị giảm đáng kể ở nhiệt độ cao, nên độ kháng từ ở nhiệt độ trong phòng phải được tăng đủ để duy trì độ kháng từ nhất định ở nhiệt độ làm việc.

Cách thức để làm tăng độ kháng từ của nam châm Nd chính là việc thay thế có hiệu quả Dy hoặc Tb cho phần Nd trong hợp chất $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ làm pha chính. Đối với các nguyên tố này, các nguồn trữ lượng trên thế giới là ít, các khu vực khai thác thương mại đang hoạt động bị hạn chế, và có rủi ro về địa chính trị. Các yếu tố này cho thấy có nguy cơ làm cho giá cả không ổn định hoặc dao động lớn. Trong hoàn cảnh này, cần phải phát triển một quy trình sản xuất mới và thành phần mới đối với nam châm R-Fe-B với độ kháng từ cao, trong đó lượng Dy và Tb được làm giảm đến mức tối thiểu.

Từ quan điểm này, một số phương pháp đã được đề xuất. Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B có thành phần gồm 12-17% R (trong đó R ít nhất là hai nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr), 0,1-3% nguyên tử Si, 5-5,9% nguyên tử B, 0-10%

nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe (với điều kiện tối đa 3% nguyên tử Fe có thể được thay bằng ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Sb, Hf, Ta, W, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi), chứa hợp chất liên kim loại $R_2(Fe,(Co),Si)_{14}B$ làm pha chính, và có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe). Ngoài ra, nam châm này không chứa pha giàu B và chứa ít nhất 1% thể tích của toàn bộ nam châm có pha R-Fe(Co)-Si chủ yếu chứa 25-35% nguyên tử R, 2-8% nguyên tử Si, tối đa 8% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe. Trong quá trình thiêu kết hoặc xử lý nhiệt sau thiêu kết, nam châm thiêu kết này được làm nguội ở tốc độ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5°C/phút ít nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700°C đến 500°C, hoặc được làm nguội trong nhiều giai đoạn bao gồm việc giữ ở nhiệt độ nhất định trong thời gian ít nhất 30 phút trong tiến trình làm nguội, nhờ đó tạo ra pha R-Fe(Co)-Si ở biên hạt.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ hợp kim Nd-Fe-B chứa hàm lượng bo thấp, nam châm thiêu kết được chế tạo bằng hợp kim này, và quy trình sản xuất chúng. Trong quá trình thiêu kết, nam châm này được làm nguội sau khi thiêu kết ở nhiệt độ dưới 300°C, và tốc độ làm nguội trung bình là $\Delta T1/\Delta t1 < 5K/phút$ khi làm nguội xuống đến 800°C.

Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ nam châm R-T-B có pha chính $R_2Fe_{14}B$ và một số pha biên hạt. Một trong số các pha biên hạt là pha giàu R, trong đó R nhiều hơn trong pha chính và pha còn lại là pha giàu kim loại chuyển tiếp, trong đó nồng độ của nguyên tố đất hiếm là thấp hơn và nồng độ của kim loại chuyển tiếp cao hơn so với nồng độ của chúng trong pha chính. Nam châm thiêu kết trên cơ sở đất hiếm R-T-B được chế tạo bằng cách thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 800 đến 1.200°C và xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 800°C.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ nam châm thiêu kết trên cơ sở đất hiếm R-T-B có pha biên hạt chứa pha giàu R có tổng nồng độ nguyên tử của các

nguyên tố đất hiếm ít nhất là 70% và pha giàu kim loại chuyển tiếp sắt từ có tổng nồng độ nguyên tử của các nguyên tố đất hiếm nằm trong khoảng từ 25 đến 35%, trong đó tỷ lệ diện tích của pha giàu kim loại chuyển tiếp ít nhất là 40% pha biên hạt. Bánh ép tươi làm từ bột hợp kim nam châm này được thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 800 đến 1.200°C, và sau đó được xử lý nhiệt bằng nhiều. Bước xử lý nhiệt thứ nhất được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650 đến 900°C, sau đó nam châm thiêu kết này được làm nguội xuống đến 200°C hoặc thấp hơn, và bước xử lý nhiệt thứ hai được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 450 đến 600°C.

Tài liệu sáng chế 5 bộc lộ nam châm thiêu kết trên cơ sở đất hiếm R-T-B có pha chính $R_2Fe_{14}B$ và pha biên hạt chứa R với lượng lớn hơn trong pha chính, trong đó trục dễ bị từ hóa của hợp chất $R_2Fe_{14}B$ song song với trục c, hình dạng hạt tinh thể của pha $R_2Fe_{14}B$ là hình elip thon dài theo hướng vuông góc với trục c, và pha biên hạt chứa pha giàu R có tổng nồng độ nguyên tử của các nguyên tố đất hiếm ít nhất là 70% và pha giàu kim loại chuyển tiếp có tổng nồng độ nguyên tử của các nguyên tố đất hiếm nằm trong khoảng từ 25 đến 35% nguyên tử. Tài liệu này cũng mô tả rằng nam châm này được thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 800 đến 1.200°C và sau đó được xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 800°C trong môi trường argon.

Tài liệu sáng chế 6 bộc lộ nam châm đất hiếm có pha chính $R_2T_{14}B$ và pha biên hạt giữa các hạt, trong đó pha biên hạt giữa các hạt có độ dày nằm trong khoảng từ 5 nm đến 500 nm và từ tính của pha không phải do sắt từ. Tài liệu này đã mô tả rằng pha biên hạt giữa các hạt được tạo ra từ hợp chất không phải là sắt từ mà do việc bổ sung nguyên tố M như Al, Ge, Si, Sn hoặc Ga, mặc dù pha này chứa các nguyên tố kim loại chuyển tiếp. Hơn thế nữa, bằng cách bổ sung Cu vào nam châm này, pha tinh thể với cấu trúc tinh thể $La_6Co_{11}Ga_3$ có thể được tạo ra một cách đồng đều và rộng khắp như pha biên hạt giữa các hạt, và lớp R-Cu mỏng có thể được tạo ra

trên bề mặt chung giữa pha biên hạt $\text{La}_6\text{Co}_{11}\text{Ga}_3$ và pha chính $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ của các hạt tinh thể. Kết quả là, bề mặt chung của pha chính bị thụ động hóa, sự biến dạng mạng của pha chính có thể được ngăn chặn, và sự tạo mầm của miền đảo ngược từ tính có thể được ức chế. Phương pháp chế tạo nam châm này bao gồm bước xử lý nhiệt sau thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 500 đến 900°C, và làm nguội ở tốc độ ít nhất là 100°C/phút, đặc biệt ít nhất là 300°C/phút.

Tài liệu sáng chế 7 và 8 bộc lộ nam châm thiêu kết R-T-B có pha chính là hợp chất $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, biên hạt giữa các hạt được bao bọc giữa hai hạt pha chính và có độ dày nằm trong khoảng từ 5nm đến 30nm, và điểm chạm ba ở biên hạt là pha được bao phủ bởi ba hạt pha chính hoặc nhiều hơn.

Tài liệu sáng chế 9 mô tả nam châm thiêu kết bao gồm một nhóm các hạt tinh thể dùng cho nam châm đất hiếm R-T-B, có lõi và một lớp vỏ để bao phủ lõi này. Tỷ lệ phần trăm khối lượng của các nguyên tố đất hiếm nặng trong vỏ là cao hơn Tỷ lệ phần trăm khối lượng của các nguyên tố đất hiếm nặng trong lõi. Khuyết tật mạng được tạo ra giữa lõi và vỏ này.

Danh mục tài liệu trích dẫn:

Tài liệu sáng chế 1: JP 3997413 (US 7090730, EP 1420418)

Tài liệu sáng chế 2: JP-A 2003-510467 (EP 1214720)

Tài liệu sáng chế 3: JP 5572673 (US 20140132377)

Tài liệu sáng chế 4: JP-A 2014-132628

Tài liệu sáng chế 5: JP-A 2014-146788 (US 20140191831)

Tài liệu sáng chế 6: JP-A 2014-209546 (US 20140290803)

Tài liệu sáng chế 7: WO 2014/157448

Tài liệu sáng chế 8: WO 2014/157451

Tài liệu sáng chế 9: JP-A 2011-211071

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Tuy nhiên, vẫn có nhu cầu về nam châm thiêu kết R-Fe-B có độ kháng từ cao mặc dù nó chứa Dy, Tb và Ho với lượng tối thiểu hoặc bằng không.

Sáng chế đề xuất nam châm thiêu kết R-Fe-B có độ kháng từ cao, và phương pháp chế tạo nam châm này.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B mong muốn có thể được chế tạo bằng phương pháp bao gồm bước định hình bột hợp kim (chủ yếu chứa 12 đến 17% nguyên tử R, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M_1 , 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 , $4,8+2 \times m$ đến $5,9+2 \times m\%$ nguyên tử B, tối đa 10% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe) thành bánh ép tươi, thiêu kết bánh ép tươi này, làm nguội bánh ép đã được thiêu kết này xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn, xử lý nhiệt sau thiêu kết bằng cách nung bánh ép đã được thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700 đến 1.100°C , nhiệt độ này lớn hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)- M_1 , và làm nguội xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút , và xử lý hóa già bánh ép đã được thiêu kết này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C , nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)- M_1 để tạo ra pha R-Fe(Co)- M_1 ở biên hạt, và làm nguội xuống đến nhiệt độ 200°C hoặc thấp hơn; hoặc phương pháp bao gồm bước định hình bột hợp kim thành bánh ép tươi, thiêu kết bánh ép tươi này, làm nguội bánh ép đã được thiêu kết này xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút , và xử lý hóa già bánh ép đã được thiêu kết này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C , nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)- M_1 để tạo ra pha R-Fe(Co)- M_1 ở biên hạt, và làm nguội xuống đến nhiệt độ đến 200°C hoặc thấp hơn. Nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B thu được như vậy chứa pha chính là hợp chất liên kim loại $R_2(\text{Fe},(\text{Co}))_{14}\text{B}$, chứa pha borua M_2 ở điểm chập ba của biên hạt,

nhưng không chứa pha hợp chất $R_{1.1}Fe_4B_4$, và có cấu trúc lõi/vỏ mà ít nhất 50% pha chính được bao phủ bằng pha $R-Fe(Co)-M_1$ có bề rộng ít nhất là 10 nm và trung bình ít nhất là 50 nm. Nam châm thiêu kết này có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe). Bằng các thử nghiệm liên tiếp để thiết lập các điều kiện xử lý thích hợp, các tác giả sáng chế đã tạo ra sáng chế.

Cần lưu ý rằng Tài liệu sáng chế 1 đã mô tả rằng tốc độ làm nguội sau khi thiêu kết là thấp. Thậm chí nếu pha biên hạt $R-Fe(Co)-Si$ tạo ra điểm chập ba của biên hạt, thực tế pha biên hạt $R-Fe(Co)-Si$ không đủ bao phủ pha chính hoặc tạo ra pha biên hạt giữa các hạt một cách không liên tục. Vì lý do này, Tài liệu sáng chế 2 không đưa ra được cấu trúc lõi/vỏ mà pha chính được bao phủ bằng biên hạt pha $R-Fe(Co)-M_1$. Tài liệu sáng chế 3 không đề cập đến tốc độ làm nguội sau khi thiêu kết và xử lý nhiệt sau thiêu kết, và không mô tả việc tạo ra pha biên hạt giữa các hạt. Nam châm theo Tài liệu sáng chế 4 có pha biên hạt chứa pha giàu R và pha giàu kim loại chuyển tiếp sắt từ chứa từ 25 đến 35% nguyên tử R, trong khi pha $R-Fe(Co)-M_1$ của nam châm theo sáng chế không phải là pha sắt từ, mà là pha kháng sắt từ. Trong Tài liệu sáng chế 4, việc xử lý nhiệt sau thiêu kết được tiến hành ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha $R-Fe(Co)-M_1$, trong khi việc xử lý nhiệt sau thiêu kết theo sáng chế được tiến hành ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bao tinh của pha $R-Fe(Co)-M_1$.

Tài liệu sáng chế 5 đã mô tả rằng việc xử lý nhiệt sau thiêu kết được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 800°C trong môi trường argon, nhưng tài liệu này không đề cập đến tốc độ làm nguội. Phần mô tả về cấu trúc đã cho thấy cấu trúc lõi/vỏ mà trong đó pha chính được bao phủ bằng pha $R-Fe(Co)-M_1$. Trong Tài liệu sáng chế 6, tài liệu này đã mô tả rằng tốc độ làm nguội trong quy trình xử lý nhiệt sau thiêu kết tốt hơn nếu ít nhất là 100°C/phút, đặc biệt ít nhất là 300°C/phút. Nam châm thiêu kết thu được trên đây chứa pha $R_6T_{13}M_1$ ở dạng tinh thể và pha $R-Cu$

ở dạng vô định hình hoặc dạng tinh thể nano. Trong bản mô tả này, pha R-Fe(Co)-M₁ trong nam châm siêu kết là ở dạng vô định hình hoặc dạng tinh thể nano.

Tài liệu sáng chế 7 đã cho thấy nam châm này chứa pha chính Nd₂Fe₁₄B, biên hạt giữa các hạt và điểm chập ba của biên hạt. Ngoài ra, độ dày của biên hạt giữa các hạt nằm trong khoảng từ 5nm đến 30nm. Tuy nhiên, độ dày của pha biên hạt giữa các hạt là quá nhỏ để đạt được sự cải thiện đủ về độ kháng từ. Trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế, Tài liệu sáng chế 8 về cơ bản là mô tả phương pháp chế tạo nam châm siêu kết giống như trong Tài liệu sáng chế 7, điều này cho thấy rằng độ dày (bề rộng pha) của pha biên hạt giữa các hạt là nhỏ. Sáng chế đề cập đến nam châm siêu kết trên cơ sở R-Fe-B có thành phần chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử R ít nhất là hai nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M₁ là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M₂ là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, và W, từ 4,8+2×m đến 5,9+2×m% nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M₂, tối đa 10% nguyên tử Co, tối đa 0,5% nguyên tử cacbon, tối đa 1,5% nguyên tử oxy, tối đa 0,5% nguyên tử nitơ, và phần còn lại là Fe, chứa các hợp chất liên kim loại R₂(Fe,Co)₁₄B làm pha chính, và có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe) ở nhiệt độ trong phòng. Nam châm này chứa pha borua M₂ ở điểm chập ba của các biên hạt, nhưng không chứa pha hợp chất R_{1,1}Fe₄B₄, có cấu trúc lõi/vỏ mà trong đó pha chính được bao phủ bằng pha biên hạt chứa pha R-Fe(Co)-M₁ ở dạng vô định hình và/hoặc dạng tinh thể nano dưới 10nm chủ yếu chứa từ 25 đến 35% nguyên tử R, từ 2 đến 8% nguyên tử M₁, tối đa 8% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe, hoặc pha R-Fe(Co)-M₁ và tinh thể hoặc pha R-M₁ dạng tinh thể nano dưới 10nm và dạng vô định hình có ít nhất 50% nguyên tử R,

trong đó pha R-Fe(Co)-M₁ ở bên ngoài và bao quanh the pha chính, và trong đó độ bao phủ diện tích bề mặt của pha R-Fe(Co)-M₁ trên pha chính ít nhất là 50%, và bề rộng của pha biên hạt giữa các hạt ít nhất là 10 nm và trung bình ít nhất là 50nm. Cần lưu ý rằng R, M₁ và M₂ là như được xác định trên đây.

Tốt hơn, nếu trong pha R-Fe(Co)-M₁, M₁ chứa từ 0,5 đến 50% nguyên tử Si và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi. Ngoài ra, tốt hơn, nếu trong pha R-Fe(Co)-M₁, M₁ chứa từ 1,0 đến 30% nguyên tử Ga và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi. Yet tốt hơn, nếu trong pha R-Fe(Co)-M₁, M₁ chứa từ 0,5 đến 50% nguyên tử Al và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi.

Thông thường, nam châm thiêu kết này có tổng lượng Dy, Tb và Ho nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0% nguyên tử.

Như được mô tả trong điểm 1 yêu cầu bảo hộ, phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B theo sáng chế bao gồm các bước:

định hình bột hợp kim thành bánh ép tươi, bột hợp kim này thu được bằng cách nghiền mịn hợp kim chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử R ít nhất là hai nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M₁ là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M₂ là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta và W, từ 4,8+2×m đến 5,9+2×m% nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M₂, tối đa 10% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe,

thiêu kết bánh ép tươi này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1.000 đến 1.150°C,

làm nguội bánh ép đã được thiêu kết này xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn,

xử lý nhiệt sau thiêu kết bằng cách nung bánh ép đã được thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700 đến 1.100°C, nhiệt độ này cao hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)-M₁, và làm nguội xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút, và

xử lý hóa già bánh ép đã được thiêu kết này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C, nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)-M₁ để tạo ra pha R-Fe(Co)-M₁ ở biên hạt, và làm nguội xuống đến nhiệt độ 200°C hoặc thấp hơn.

Như được mô tả trong điểm 2 yêu cầu bảo hộ, phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B theo sáng chế bao gồm các bước:

định hình bột hợp kim như được xác định trên đây thành bánh ép tươi,

thiêu kết bánh ép tươi này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1.000 đến 1.150°C,

làm nguội bánh ép đã được thiêu kết này xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút, và

xử lý hóa già bánh ép đã được thiêu kết này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C, nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)-M₁ để tạo ra pha R-Fe(Co)-M₁ ở biên hạt, và làm nguội xuống đến nhiệt độ 200°C hoặc thấp hơn.

Thông thường, hợp kim này chứa Dy, Tb và Ho với tổng lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0% nguyên tử.

Nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B theo sáng chế có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe) mặc dù nó chứa Dy, Tb và Ho với lượng thấp hoặc bằng không.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là ảnh điện tử tán xạ ngược ($\times 3000$) mặt cắt ngang của nam châm thiêu kết trong Ví dụ 1, được quan sát bằng máy vi phân tích thăm dò điện tử (EPMA).

Fig.2a là ảnh điện tử của pha biên hạt trong nam châm thiêu kết trong Ví dụ 1, được quan sát bằng TEM; Fig.2b là giản đồ nhiễu xạ chùm electron ở điểm "a" trên Fig.2a.

Fig.3 là ảnh vùng sáng của nam châm thiêu kết trong Ví dụ 11.

Fig.4 là ảnh điện tử tán xạ ngược mặt cắt ngang của nam châm thiêu kết trong Ví dụ so sánh 2, được quan sát bằng EPMA.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trước tiên, thành phần của nam châm thiêu kết R-Fe-B được mô tả. Nam châm có thành phần (được biểu hiện bằng phần trăm nguyên tử) chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử, tốt hơn là từ 13 đến 16% R, từ 0,1 đến 3% nguyên tử, tốt hơn là từ 0,5 đến 2,5% M_1 , từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 , $4,8+2\times m$ đến $5,9+2\times m\%$ nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , tối đa 10% nguyên tử Co, tối đa 0,5% nguyên tử cacbon, tối đa 1,5% nguyên tử oxy, tối đa 0,5% nguyên tử nitơ, và phần còn lại là Fe.

Trong bản mô tả này, R ít nhất là hai nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa neodim (Nd) và praseodim (Pr). Tốt hơn là, tổng lượng Nd và Pr chiếm từ 80 đến 100% nguyên tử R. Khi hàm lượng R trong nam châm thiêu kết nhỏ hơn 12% nguyên tử, thì độ kháng từ của nam châm giảm ở mức mạnh nhất. Khi hàm lượng R lớn hơn 17% nguyên tử, thì độ từ dư (mật độ từ thông còn lại, Br) của nam châm giảm ở mức mạnh nhất. Đáng chú ý là, Dy, Tb và Ho có thể không có mặt để làm R, và nếu có, thì tổng lượng Dy, Tb và Ho tốt hơn là tối đa 5,0% nguyên tử (tức là, từ 0 đến 5,0% nguyên tử), tốt hơn nữa nếu tối đa 4,0% nguyên tử (tức là, từ 0 đến

4,0% nguyên tử), thậm chí tốt hơn nữa nếu tối đa 2,0% nguyên tử (tức là, từ 0 đến 2,0% nguyên tử), và đặc biệt là tối đa 1,5% nguyên tử (tức là, từ 0 đến 1,5% nguyên tử).

M_1 ít nhất là một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi. Khi hàm lượng M_1 nhỏ hơn 0,1% nguyên tử, thì pha biên hạt R-Fe(Co)- M_1 có mặt với tỷ lệ không đủ để cải thiện độ kháng từ. Khi hàm lượng M_1 là lớn hơn 3% nguyên tử, độ vuông từ của nam châm trở nên kém hơn và độ dư của nam châm giảm đáng kể. Tốt hơn là, hàm lượng M_1 nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% nguyên tử.

Nguyên tố M_2 để tạo ra borua ổn định được bổ sung nhằm mục đích ức chế sự phát triển không bình thường của hạt trong quá trình thiêu kết. M_2 ít nhất là một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta và W. Mong muốn là, M_2 được bổ sung với lượng nằm từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử, cho phép thiêu kết ở nhiệt độ tương đối cao, dẫn đến sự cải thiện về độ vuông từ và các đặc tính của nam châm.

Cụ thể, giới hạn trên của B là quan trọng. Nếu hàm lượng bo (B) vượt quá $(5,9+2 \times m)\%$ nguyên tử, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , pha R-Fe(Co)- M_1 không được tạo ra ở biên hạt, nhưng pha hợp chất $R_{1,1}Fe_4B_4$, được gọi là pha giàu B, được tạo ra. Miễn là có sự nghiên cứu của các tác giả sáng chế, khi pha giàu B có mặt trong nam châm, thì độ kháng từ của nam châm không thể được tăng đủ. Nếu hàm lượng B nhỏ hơn $(4,8+2 \times m)\%$ nguyên tử, thì phần trăm thể tích của pha chính bị giảm sao cho các đặc tính của nam châm của nam châm trở nên kém. Vì lý do này, hàm lượng B tốt hơn nằm trong khoảng từ $(4,8+2 \times m)$ đến $(5,9+2 \times m)\%$ nguyên tử, tốt hơn là $(4,9+2 \times m)$ to $(5,7+2 \times m)\%$ nguyên tử.

Việc bổ sung Coban (Co) vào nam châm là tùy ý. Nhằm mục đích cải thiện nhiệt độ Curie và độ bền chống ăn mòn, Co có thể thay thế đến 10% nguyên tử, tốt hơn là đến 5% Fe. Việc thay thế Co vượt quá 10%

nguyên tử là không mong muốn vì làm tổn hao đáng kể độ kháng từ của nam châm.

Đối với nam châm này, mong muốn là nồng độ của oxy, cacbon và nitơ càng thấp càng tốt. Trong quy trình sản xuất nam châm, không thể tránh được một cách hoàn toàn sự nhiễm tạp là các nguyên tố như vậy. Hàm lượng oxy tối đa 1,5% nguyên tử, đặc biệt là tối đa 1,2% nguyên tử, hàm lượng cacbon tối đa 0,5% nguyên tử, đặc biệt là tối đa 0,4% nguyên tử, và hàm lượng nitơ tối đa 0,5% nguyên tử, đặc biệt là tối đa 0,3% nguyên tử là được phép. Tạp chất là các nguyên tố khác như H, F, Mg, P, S, Cl và Ca với lượng tối đa 0,1% là không được phép có mặt, và mong muốn là hàm lượng của chúng càng thấp càng tốt.

Phần còn lại là sắt (Fe). Tốt hơn, nếu hàm lượng Fe nằm trong khoảng từ 70 đến 80% nguyên tử, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 75 đến 80% nguyên tử.

Cỡ hạt trung bình của nam châm tối đa là 6 μm , tốt hơn nằm trong khoảng từ 1,5 đến 5,5 μm , và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 μm , và sự định hướng trục c của các hạt $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, là trục dễ bị từ hóa, tốt hơn nếu ít nhất là 98%. Cỡ hạt trung bình được đo như sau. Trước tiên, tiết diện nam châm thiêu kết sau khi đánh bóng được ngâm trong dung dịch khắc ăn mòn như dung dịch Vilella (hỗn hợp 3:1:2 của glyxerol:axit nitric:axit clohydric) để khắc ăn mòn chọn lọc pha biên hạt, và được quan sát dưới kính hiển vi laze. Khi phân tích hình ảnh, diện tích tiết diện của các hạt riêng lẻ được xác định, từ đó đường kính của vòng tròn tương đương được tính toán. Trên cơ sở phần diện tích của mỗi cỡ hạt, cỡ hạt trung bình được xác định. Cỡ hạt trung bình của vật thể đã được thiêu kết được kiểm soát bằng cách làm giảm cỡ hạt trung bình của bột mịn trong khi nghiền. Cỡ hạt trung bình là giá trị trung bình của khoảng 2.000 cỡ hạt ở 20 hình ảnh khác nhau. Cỡ hạt trung bình của phần thân thiêu kết

được kiểm soát bằng cách giảm cỡ hạt trung bình của bột mịn trong quá trình nghiền thành bột.

Vi cấu trúc của nam châm này chứa pha chính là pha $R_2(Fe,(Co))_{14}B$, và pha biên hạt là pha $R-Fe(Co)-M_1$ và pha $R-M_1$. Tốt hơn là, pha $R-Fe(Co)-M_1$ chiếm ít nhất là 1% thể tích. Nếu pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ nhỏ hơn 1% thể tích, thì không thể thu được độ kháng từ đủ cao. Mong muốn là, pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ có mặt với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1 đến 20% thể tích, mong muốn hơn nằm trong khoảng từ 1 đến 10% thể tích. Nếu pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ là lớn hơn 20% thể tích, có thể sẽ đi kèm sự tổn hao đáng kể độ từ dư. Trong bản mô tả này, tốt hơn là pha chính không phải là dung dịch rắn chứa nguyên tố khác với các nguyên tố nêu trên. Ngoài ra, có thể có mặt đồng thời pha $R-M_1$. Đáng chú ý là, sự kết tủa của pha $R_2(Fe,(Co))_{17}$ là không được xác nhận. Ngoài ra, nam châm này chứa pha borua M_2 ở điểm chập ba của biên hạt, nhưng không phải là pha hợp chất $R_{1.1}Fe_4B_4$. Pha giàu R và các pha được tạo ra từ các nguyên tố không thể tránh khỏi trong quá trình sản xuất nam châm như R oxit, R nitrua, R halogenua và R axit halogenua có thể có mặt.

Pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ là hợp chất chứa Fe hoặc Fe và Co, và được coi là pha hợp chất liên kim loại có cấu trúc tinh thể thuộc nhóm không gian I4/mcm, ví dụ, $R_6Fe_{13}Ga_1$. Khi phân tích định lượng bằng máy vi phân tích thăm dò điện tử (EPMA), pha này chứa 25 đến 35% nguyên tử R, từ 2 đến 8% nguyên tử M_1 , từ 0 đến 8% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe, khoảng này là bao gồm cả sai số phép đo. Có thể dự định rằng trong thành phần của nam châm không có Co, và trong trường hợp này, tất nhiên, pha chính lẫn pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ đều không chứa Co. Pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ được phân bố xung quanh pha chính sao cho các pha chính liền kề được phân chia từ tính, dẫn đến sự tăng độ kháng từ.

Trong pha $R-Fe(Co)-M_1$, sẽ tốt hơn nếu M_1 chứa từ 0,5 đến 50% nguyên tử (trên cơ sở M_1) Si và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được

chọn từ nhóm bao gồm Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi; từ 1,0 đến 30% nguyên tử (trên cơ sở M_1) Ga và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi; hoặc từ 0,5 đến 50% nguyên tử (trên cơ sở M_1) Al và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi. Các nguyên tố này có thể tạo ra các hợp chất liên kim loại ổn định như $R_6Fe_{13}Ga_1$ và $R_6Fe_{13}Si_1$ như nêu trên, và có khả năng thay thế tương đối ở vị trí M_1 . Việc bổ sung nhiều các nguyên tố như vậy ở vị trí M_1 không mang lại sự khác biệt đáng kể về đặc tính của nam châm, nhưng trong thực tế, nhưng đạt được sự ổn định về chất lượng của nam châm bằng cách hạn chế mức độ biến thiên về các đặc tính của nam châm và giảm chi phí bằng cách giảm hàm lượng các nguyên tố đắt tiền.

Bề rộng của pha R-Fe(Co)- M_1 ở biên hạt giữa các hạt tốt hơn nếu ít nhất là 10nm, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 500 nm, thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 300 nm. Nếu bề rộng của pha R-Fe(Co)- M_1 nhỏ hơn 10 nm, thì không thể thu được độ kháng từ với hiệu quả tăng do sự tách từ tính. Ngoài ra, tốt hơn là bề rộng trung bình của pha biên hạt R-Fe(Co)- M_1 ít nhất là 50nm, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 300 nm, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 200 nm.

Pha R-Fe(Co)- M_1 xen giữa các pha chính $R_2Fe_{14}B$ liền kề là pha biên hạt giữa các hạt, và được phân bố xung quanh pha chính để bao phủ pha chính, tức là tạo ra cấu trúc lõi/vỏ với pha chính. Tỷ lệ độ bao phủ diện tích bề mặt giữa pha R-Fe(Co)- M_1 và pha chính ít nhất là 50%, tốt hơn nếu ít nhất là 60%, và tốt hơn nữa nếu ít nhất là 70%, và pha R-Fe(Co)- M_1 có thể thậm chí bao phủ toàn bộ pha chính. Phần còn lại của pha biên hạt giữa các hạt quanh pha chính là pha R- M_1 chứa ít nhất 50% R.

Cấu trúc tinh thể của pha R-Fe(Co)-M₁ là ở dạng vô định hình, dạng tinh thể nano hoặc dạng tinh thể nano bao gồm cả dạng vô định hình trong khi cấu trúc tinh thể của pha R-M₁ là tinh thể hoặc dạng tinh thể nano bao gồm cả dạng vô định hình. Tốt hơn là, các hạt dạng tinh thể nano có cỡ hạt đến 10 nm. Khi diễn ra quá trình kết tinh của pha R-Fe(Co)-M₁, thì pha R-Fe(Co)-M₁ kết tụ ở điểm chập ba của biên hạt, và bề rộng của pha biên hạt giữa các hạt trở nên mỏng hơn và gián đoạn, kết quả là độ kháng từ của nam châm giảm đáng kể. Ngoài ra, khi diễn ra quá trình kết tinh của pha R-Fe(Co)-M₁, pha giàu R có thể tạo ra trên bề mặt chung giữa pha chính và pha biên hạt dưới dạng sản phẩm phụ của phản ứng bao tinh, nhưng sự tạo ra chính pha giàu R không góp phần vào việc làm cải thiện đáng kể độ kháng từ.

Hiện nay, phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B có cấu trúc nêu trên đã được mô tả. Phương pháp này nói chung bao gồm các bước nghiền và xay hợp kim trung gian, nghiền bột thô, ép thành bánh ép tươi, tác động từ trường bên ngoài, và thiêu kết.

Hợp kim trung gian được tạo ra bằng cách làm nóng chảy các kim loại thô hoặc các hợp kim trong chân không hoặc môi trường khí trơ, tốt hơn là môi trường argon, và đúc hỗn hợp nóng chảy trong khuôn phẳng hoặc khuôn hình cuốn sách hoặc đúc thành dải. Nếu tinh thể sơ cấp của α -Fe nằm lại trong hợp kim đúc, thì hợp kim có thể được xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700 đến 1.200°C trong thời gian ít nhất một giờ trong chân không hoặc trong môi trường Ar để làm đồng nhất hóa vi cấu trúc và để loại bỏ các pha α -Fe.

Hợp kim đúc được nghiền hoặc được nghiền thô đến kích thước thông thường nằm trong khoảng từ 0,05 đến 3 mm, đặc biệt nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,5 mm. Bước nghiền nói chung sử dụng thiết bị nghiền Brown hoặc bằng cách tán nhỏ dùng hydro. Đối với hợp kim được chế tạo bằng cách đúc thành dải, thì việc tán nhỏ dùng hydro là được ưu

tiên. Sau đó, bột thô được nghiền thành bột trên máy nghiền bằng khí nén bằng khí nitơ có áp suất cao, ví dụ, thành bột dạng hạt mịn có cỡ hạt trung bình thông thường nằm trong khoảng từ 0,2 đến 30 μm , đặc biệt nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 μm . Nếu muốn, chất làm trơn hoặc các chất phụ gia khác có thể được bổ sung vào các quy trình tán, xay và nghiền bất kỳ.

Phương pháp hợp kim đôi cũng có thể áp dụng cho việc chế tạo hợp kim nam châm. Trong phương pháp này, hợp kim trung gian có thành phần xấp xỉ $\text{R}_2\text{-T}_{14}\text{-B}_1$ và hợp kim trợ thiêu kết với thành phần giàu R được chế tạo một cách tương ứng. Hợp kim này được nghiền thành bột thô một cách độc lập, và sau đó hỗn hợp gồm hợp kim trung gian và chất trợ thiêu kết cũng được nghiền thành bột. Để tạo ra hợp kim trợ thiêu kết, không chỉ có thể áp dụng công nghệ đúc nêu trên, mà còn có thể áp dụng công nghệ melt-span.

Hợp kim chủ yếu có thành phần gồm từ 12 đến 17% R ít nhất là hai nguyên tố được chọn từ các nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M_1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta và W, từ $4,8+2\times m$ đến $5,9+2\times m\%$ nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , tối đa 10% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe.

Bột mịn thu được trên đây được ép dưới từ trường bên ngoài bằng thiết bị đúc. Sau đó, bánh ép tươi được thiêu kết trong lò trong chân không hoặc trong môi trường khí trơ thông thường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900 đến 1,250°C, tốt hơn nằm trong khoảng từ 1.000 đến 1.150°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5 giờ.

Theo phương án thứ nhất của phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết có cấu trúc nêu trên, bánh ép khi được thiêu kết như trên được làm nguội xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn, đặc biệt là 300°C hoặc

thấp hơn, thông thường nhiệt độ trong phòng. Tốc độ làm nguội tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 5 đến 50°C/phút, mặc dù không giới hạn ở đó. Sau khi thiêu kết, bánh ép được nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700 đến 1.100°C, nhiệt độ này cao hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)-M₁. (Quá trình này được gọi là quá trình xử lý nhiệt sau thiêu kết.) Tốt hơn là, tốc độ nung nằm trong khoảng từ 1 đến 20°C/phút, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2 đến 10°C/phút, mặc dù không giới hạn ở đó. Nhiệt độ bao tinh phụ thuộc vào các nguyên tố bổ sung M₁. Ví dụ, nhiệt độ bao tinh là 640°C khi M₁ = Cu, nằm trong khoảng từ 750 đến 820°C khi M₁ = Al, 850°C khi M₁ = Ga, 890°C khi M₁ = Si, và 1.080°C khi M₁ = Sn. Tốt hơn nếu, thời gian giữ ở nhiệt độ này ít nhất là 1 giờ, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 10 giờ, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 5 giờ. Môi trường xử lý tốt hơn là chân không hoặc môi trường khí trơ như khí Ar.

Sau khi xử lý nhiệt sau thiêu kết, bánh ép đã được thiêu kết được làm nguội xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn, tốt hơn là 300°C hoặc thấp hơn. Tốc độ làm nguội xuống đến 400°C hoặc thấp hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút, tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 80°C/phút, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 50°C/phút. Nếu tốc độ làm nguội nhỏ hơn 5°C/phút, thì pha R-Fe(Co)-M₁ tách ra ở điểm chấp ba của biên hạt, và các đặc tính của nam châm bị giảm đáng kể. Tốc độ làm nguội hơn 100°C/phút là có hiệu quả để ức chế quá trình kết tủa của pha R-Fe(Co)-M₁ trong quá trình làm nguội, nhưng mức độ phân tán của pha R-M₁ trong vi cấu trúc là không đủ. Kết quả là, độ vuông từ của nam châm thiêu kết trở nên kém.

Việc xử lý hóa già được tiến hành sau khi xử lý nhiệt sau thiêu kết. Mong muốn là, việc xử lý hóa già được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 400 đến 550°C, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 450 đến 550°C,

trong thời gian từ 0,5 đến 50 giờ, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 giờ, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 20 giờ, trong chân không hoặc môi trường khí trơ như khí Ar. Nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha $R-Fe(Co)-M_1$ để tạo ra pha $R-Fe(Co)-M_1$ ở biên hạt. Nếu nhiệt độ hóa già là dưới $400^\circ C$, thì tốc độ phản ứng tạo pha $R-Fe(Co)-M_1$ là quá chậm. Nếu nhiệt độ hóa già trên $600^\circ C$, tốc độ phản ứng tạo pha $R-Fe(Co)-M_1$ tăng đáng kể sao cho pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ tách ra ở điểm chập ba của biên hạt, và các đặc tính của nam châm bị giảm đáng kể. Tốc độ nung đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến $600^\circ C$ tốt hơn nằm trong khoảng từ 1 đến $20^\circ C/phút$, tốt hơn nằm trong khoảng từ 2 đến $10^\circ C/phút$, mặc dù không giới hạn ở đó.

Theo phương án thứ hai của phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết có cấu trúc nêu trên, bánh ép khi được thiêu kết như trên được làm nguội xuống đến nhiệt độ $400^\circ C$ hoặc thấp hơn, đặc biệt là $300^\circ C$ hoặc thấp hơn. Tốc độ làm nguội là không quan trọng. Bánh ép đã được thiêu kết được làm nguội xuống đến nhiệt độ $400^\circ C$ hoặc thấp hơn ở tốc độ làm nguội nằm trong khoảng từ 5 đến $100^\circ C/phút$, tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến $50^\circ C/phút$.

Nếu tốc độ làm nguội nhỏ hơn $5^\circ C/phút$, thì pha $R-Fe(Co)-M_1$ tách ra ở điểm chập ba của biên hạt, và các đặc tính của nam châm bị giảm đáng kể. Tốc độ làm nguội lớn hơn $100^\circ C/phút$ là có hiệu quả để ức chế sự kết tủa của pha $R-Fe(Co)-M_1$ trong quá trình làm nguội, nhưng mức độ phân tán của pha $R-M_1$ trong vi cấu trúc là không đủ. Kết quả là, độ vuông từ của nam châm thiêu kết trở nên kém.

Sau khi bánh ép đã được thiêu kết được làm nguội như nêu trên, việc xử lý hóa già được tiến hành giống như phương án thứ nhất của phương pháp. Tức là, việc xử lý hóa già được tiến hành bằng giữ bánh ép đã được thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến $600^\circ C$ và không cao hơn nhiệt độ bao tinh của pha $R-Fe(Co)-M_1$ để tạo ra pha $R-Fe(Co)-M_1$

ở biên hạt. Nếu nhiệt độ hóa già dưới 400°C , thì tốc độ phản ứng để tạo ra pha R-Fe(Co)-M_1 là quá chậm. Nếu nhiệt độ hóa già trên 600°C , thì tốc độ phản ứng để tạo ra pha R-Fe(Co)-M_1 tăng đáng kể khiến cho pha biên hạt R-Fe(Co)-M_1 tách ra ở điểm chấp ba của biên hạt, và các đặc tính của nam châm bị giảm đáng kể. Thời gian hóa già tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50 giờ, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 giờ, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 20 giờ trong chân không hoặc môi trường khí trơ như khí Ar. Tốc độ nung đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 20°C/phút , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 10°C/phút , mặc dù không giới hạn ở đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ về nam châm được tạo ra bằng phương pháp theo sáng chế được thể hiện dưới đây dùng để minh họa sáng chế mà không làm giới phạm vi của sáng chế.

Các ví dụ từ 1 đến 12 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 7

Cụ thể, hợp kim được chế tạo bằng cách sử dụng các kim loại đất hiếm (Neôđim hoặc Didymi), sắt điện phân, Co, sắt-bo và các kim loại và các hợp kim khác, cân chúng với thành phần được chỉ định, làm nóng chảy trong lò cảm ứng tần số cao trong môi trường Ar, và đúc hợp kim nóng chảy trên máy cán đồng được làm mát bằng nước. Độ dày của hợp kim thu được nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,3mm. Hợp kim này được nghiền thành bột bằng quy trình tán nhỏ dùng hydro, tức là hấp thụ hydro ở nhiệt độ thường và sau đó việc nung ở nhiệt độ 600°C trong chân không để giải hấp hydro. Chất làm trơn là axit stearic với lượng 0,07% khối lượng được bổ sung và được trộn vào bột thô hợp kim. Bột thô được nghiền thành bột mịn với cỡ hạt trung bình khoảng $3\mu\text{m}$ bằng cách sử dụng máy nghiền khí

nén bằng dòng khí nitơ. Bột mịn được đúc trong khi tác động một từ trường 1200kA/m (15kOe) để định hướng. Bánh ép tươi này được thiêu kết trong chân không ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1.050 đến 1.100°C trong thời gian 3 giờ, và được làm nguội xuống thấp hơn 200°C. Vật thể đã được thiêu kết được thiêu kết thêm ở nhiệt độ 900°C trong 1 giờ, được làm nguội xuống đến 200°C, và được xử lý nhiệt để hóa già trong thời gian 2 giờ. Bảng 1 thể hiện thành phần của nam châm, mặc dù nồng độ của oxy, nitơ và cacbon được thể hiện trong Bảng 2. Điều kiện xử lý nhiệt như tốc độ làm nguội từ 900°C đến 200°C, nhiệt độ xử lý hóa già, và các đặc tính của nam châm được thể hiện trong Bảng 2. Thành phần của pha R-Fe(Co)-M₁ được thể hiện trên Bảng 3.

Bảng 1

		Nd (% nguyên tử)	Pr (% nguyên tử)	Fe (% nguyên tử)	Co (% nguyên tử)	B (% nguyên tử)	Al (% nguyên tử)	Cu (% nguyên tử)	Zr (% nguyên tử)	Si (% nguyên tử)	Ga (% nguyên tử)	Ag (% nguyên tử)
Ví dụ	1	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,2	0,2	0,07	0,05	0,80	
	2	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,5	0,2	0,07	0,05	0,50	
	3	11,6	3,4	phân còn lại	1,0	5,2	0,5	0,2	0,07	0,50	0,50	
	4	11,6	3,4	phân còn lại	1,0	5,2	0,5	0,7	0,07	0,25	0,25	
	5	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,2	0,2	0,07	0,05	0,80	
	6	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,1	0,2	0,2	0,07	0,05	0,80	
	7	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,5	0,5	0,07	0,05	0,50	
	8	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,5	0,5	0,07	0,05	0,50	
	9	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,3	0,2	0,2	0,07	0,05	0,30	0,20
	10	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,3	0,2	0,2	0,07	0,20	0,30	0,20
	11	11,8	3,5	phân còn lại	0,5	5,4	0,2	0,2	0,15	0,20	0,50	
	12	11,8	3,5	phân còn lại	0,5	5,5	0,2	0,2	0,30	0,20	0,50	
		Nd (% nguyên tử)	Pr (% nguyên tử)	Fe (% nguyên tử)	Co (% nguyên tử)	B (% nguyên tử)	Al (% nguyên tử)	Cu (% nguyên tử)	Zr (% nguyên tử)	Si (% nguyên tử)	Ga (% nguyên tử)	
Ví dụ so sánh	1	12,0	3,8	phân còn lại	1,0	5,3						
	2	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,5	0,2	0,07	0,05	0,50	
	3	11,6	3,4	phân còn lại	1,0	5,2	0,5	0,7	0,07	0,25	0,25	
	4	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	6,2	0,2	0,2	0,07		0,80	
	5	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,5	0,2	0,07	0,05	0,50	
	6	11,6	3,4	phân còn lại	0,5	5,4	0,5	0,2	0,07	0,05	0,50	
	7	11,6	3,4	phân còn lại	1,0	5,2	0,5	5,0	0,00	0,00	0,20	

Bảng 2

		Cỡ hạt trung bình (μm)	$\text{R}_{1,1}\text{Fe}_4\text{B}_4$	Pha R- M_1	Pha R-Fe(Co)- M_1	Độ bao phủ diện tích bề mặt (%)	Độ dày trung bình của biên hạt giữa các hạt (μm)	HcI (kOe)	Br (kG)	Nhiệt độ của quá trình xử lý hóa gia ($^{\circ}\text{C}$)	Tốc độ làm nguội ($^{\circ}\text{C}/\text{phút}$)	Cỡ hạt (μm)	Nồng độ cacbon (% nguyên tử)	Nồng độ nitơ (% nguyên tử)	Nồng độ oxy (% nguyên tử)
Tập 1A	1	3,8	không	NC	A+NC	95	250	20,0	13,2	450	25	2,9	0,33	0,06	1,04
	2	3,8	không	NC	A+NC	95	250	19,5	13,3	470	25	2,9	0,33	0,06	0,95
	3	4,9	không	NC	A+NC	95	250	18,5	12,9	450	25	3,8	0,33	0,06	0,95
	4	3,6	không	NC	A+NC	90	200	17,0	13,2	500	25	2,8	0,33	0,06	1,04
	5	3,6	không	NC	A+NC	90	270	20,0	13,2	500	25	2,8	0,33	0,06	0,87
	6	3,6	không	NC	A+NC	95	300	21,5	13,0	500	25	2,8	0,33	0,06	1,04
	7	3,8	không	NC	A+NC	95	280	19,5	13,2	450	10	2,9	0,33	0,06	0,95
	8	3,8	không	NC	A+NC	95	220	19,0	13,2	450	25	2,9	0,33	0,06	1,04
	9	3,6	không	NC	A+NC	95	180	20,5	13,2	450	25	2,8	0,33	0,06	0,95
	10	3,5	không	NC	A+NC	90	170	19,5	13,2	450	5	2,7	0,33	0,06	0,95
	11	3,8	không	NC	A+NC	90	150	20,0	13,1	450	5	2,9	0,33	0,06	0,95
	12	3,8	không	NC	A+NC	95	180	21,5	13,0	450	5	2,9	0,33	0,06	0,95
Ví dụ so sánh	1	5,9	không	NC	không	<5	<5	9,5	13,6	500	25	4,5	0,38	0,06	1,65
	2	3,8	không	NC	A+NC	30	300	12,5	13,2	500	2	2,9	0,36	0,06	1,04
	3	3,6	không	NC	A+NC	30	280	12,0	12,9	650	2	2,8	0,33	0,06	0,95
	4	3,6	phát hiện	NC	không	<5	<5	16,0	13,5	490	25	2,8	0,33	0,06	0,91
	5	3,8	không	NC	A+NC	35	300	17,0	13,0	700	25	2,9	0,36	0,06	1,04
	6	3,8	không	NC	không	<5	<5	12,0	13,6	850	25	2,9	0,33	0,06	1,04
	7	3,9	không	NC	không	<5	<5	12	12,6	500	25	3	0,33	0,06	0,87

A: vô định hình

NC: tinh thể nano (tối đa 10nm)

Bảng 3

		Pha R-Fe(Co)-M ₁ (% nguyên tử)								
		Nd	Pr	Fe	Co	Cu	Al	Ga	Si	Ag
Ví dụ	1	21,9	7,1	61,4	1,3	0,6	1,0	4,3	0,1	
	2	21,5	6,9	62,3	1,4	0,8	0,9	5,1	0,1	
	3	22,3	7,6	59,8	1,8	0,7	1,0	2,9	2,5	
	4	22,8	7,2	59,7	1,6	0,9	0,8	3,2	2,1	
	5	22,2	7,1	61,7	1,2	0,8	0,9	5,0	0,1	
	6	21,7	7,0	62,4	1,1	0,8	0,8	4,8	0,1	
	7	22,5	7,1	61,3	1,1	0,9	1,0	5,2	0,1	
	8	22,3	7,0	61,1	1,2	0,8	1,0	5,1	0,1	
	9	22,8	7,5	59,8	1,1	0,7	0,7	4,2	0,1	2,1
	10	21,5	6,9	61,0	1,1	0,7	0,7	3,5	1,1	1,9
	11	21,9	7,0	61,5	1,0	0,7	1,0	4,2	1,9	
	12	22,1	6,8	61,2	1,1	0,6	0,8	3,8	2,1	

Trong các ví dụ với Cu và Ag được bổ sung, mặc dù tốc độ làm nguội sau khi xử lý nhiệt sau thiêu kết là chậm hơn so với các ví dụ khác, nhưng các giá trị về độ kháng từ sau khi xử lý nhiệt hóa già giữ ở cùng một mức độ như hơn 1520kA/m (19kOe) vì nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)-M₁ giảm do bổ sung Cu và Ag.

Trong các ví dụ với các lượng bổ sung Zr khác nhau, tốt hơn là pha ZrB₂ tạo ra trong quá trình thiêu kết và kết tủa ở điểm chấp ba của biên hạt. Điều này làm ức chế sự phát triển không bình thường của hạt trong quá trình thiêu kết và cho phép quy trình thiêu kết ở nhiệt độ cao hơn, nhờ đó cải thiện độ vuông từ của nam châm thiêu kết.

Hàm lượng R trong pha R-M₁ nằm trong khoảng từ 50 đến 92 % nguyên tử.

Mặt cắt ngang của nam châm thiêu kết thu được trong Ví dụ 1 được quan sát trên máy vi phân tích thăm dò điện tử (EPMA). Như được thể hiện trên Fig.1, quan sát thấy rằng pha biên hạt (pha R-Fe(Co)-M₁, pha R-

M_1) bao phủ pha chính ($R_2(Fe,Co)_{14}B$). Ngoài ra, còn quan sát thấy pha biên hạt bao phủ pha chính bằng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM). Như được thể hiện trên Fig.2a, pha biên hạt có độ dày (hoặc bề rộng pha) khoảng 200nm. EDX và ảnh nhiễu xạ trên Fig.2b ở điểm "a" trên Fig.2a chứng minh sự có mặt của pha $R_3(CoGa)_1$ và pha $R-Fe(Co)-M_1$ là vô định hình hoặc tinh thể nano.

Fig.3 là ảnh vùng sáng của pha biên hạt giữa các hạt ở nam châm được chế tạo trong ví dụ 11. Có thể thấy rằng bề mặt chung kéo xiên từ mặt trên đến mặt dưới của hình vẽ. Ở phía bên phải của bề mặt chung, có quan sát được sự có mặt của pha $R_2(Fe,(Co))_{14}B$ với tinh thể, và phía còn lại của bề mặt chung, pha $R-Fe(Co)-M_1$ tinh thể nano có kích thước khoảng 5 nm ở biên hạt có thể quan sát được.

Fig.4 là hình ảnh của mặt cắt ngang của nam châm thiêu kết trong Ví dụ so sánh 2 khi quan sát bằng EPMA. Do tốc độ làm nguội của quá trình xử lý nhiệt sau thiêu kết là quá chậm, nên pha $R-Fe(Co)-M_1$ gián đoạn ở biên hạt giữa các hạt và tách ra đáng kể ở điểm chập ba của biên hạt. Đã xác nhận rằng kích thước của pha $R-Fe(Co)-M_1$ tách ra ở điểm chập ba của biên hạt là lớn hơn 10 nm bằng cách quan sát dưới TEM.

Ví dụ 13

Cụ thể, hợp kim được chế tạo bằng cách sử dụng các kim loại đất hiếm (Neôđim hoặc Didymi), sắt điện phân, Co, sắt-bo và các kim loại và các hợp kim khác, cân chúng với thành phần giống như trong ví dụ 1, nóng chảy trong lò cảm ứng tần số cao trong môi trường Ar, và đúc hợp kim nóng chảy trên máy cán đồng được làm mát bằng nước. Độ dày của hợp kim thu được nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,3mm. Hợp kim này được nghiền thành bột bằng quy trình tán nhỏ dùng hydro, tức là hấp thụ hydro ở nhiệt độ thường và sau đó việc nung ở nhiệt độ 600°C trong chân không để giải hấp hydro. Chất làm trơn là axit stearic với lượng 0,07% khối lượng

được bổ sung và được trộn vào bột thô hợp kim. Bột thô được nghiền thành bột mịn với cỡ hạt trung bình khoảng $3\mu\text{m}$ bằng cách sử dụng máy nghiền khí nén bằng dòng khí nitơ. Bột mịn được đúc trong khi tác động một từ trường 1200kA/m (15kOe) để định hướng. Bánh ép tươi này được thiêu kết trong chân không ở nhiệt độ 1.080°C trong thời gian 3 giờ, và được làm nguội xuống nhiệt độ dưới hơn 200°C ở tốc độ làm nguội 25°C/phút . Sau đó, thân đã được thiêu kết được xử lý nhiệt được để hóa già ở nhiệt độ 450°C trong thời gian 2 giờ. Nhiệt độ xử lý hóa già, và các đặc tính của nam châm được thể hiện trong Bảng 4. Thành phần của pha R-Fe(Co)-M_1 về cơ bản là giống như trong Ví dụ 1.

Bảng 4

Cỡ hạt trung bình (μm)	$\text{R}_{1.1}\text{Fe}_4\text{B}_4$	Pha R-M_1	Pha R-Fe(Co)-M_1	Độ bao phủ diện tích bề mặt (%)	Độ dày trung bình của biên hạt giữa các hạt (μm)	HcJ (kOe)	Br (kG)	Nhiệt độ của quá trình xử lý hóa già ($^\circ\text{C}$)	Tốc độ làm nguội ($^\circ\text{C/phút}$)	Cỡ hạt (μm)	Nồng độ cacbon (% nguyên tử)	Nồng độ nitơ (% nguyên tử)	Nồng độ oxy (% nguyên tử)	Ví dụ 13
không	không	NC	A+NC	95	230	19,5	13,2	450	25	2,9	0,33	0,06	1,04	3,8

A: vô định hình

NC: tinh thể nano (tối đa 10nm)

Mặc dù một số phương án được ưu tiên của sáng chế đã được mô tả trên đây, nhưng có thể có nhiều phương án cải biến và thay đổi được tạo ra từ những gì đã được mô tả. Do đó, cần phải hiểu rằng sáng chế có thể được tiến hành trong thực tế theo cách khác so với những phương án được mô tả một cách cụ thể mà không nằm ngoài phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Tất nhiên, đối với các khoảng số được bộc lộ trong bản mô tả này, cần phải hiểu rằng theo cách thông thường, tiêu chuẩn kỹ thuật đối với giới hạn trên là khác với tiêu chuẩn kỹ thuật đối với giới hạn dưới, tức là giới hạn trên và giới hạn dưới về bản chất là khác nhau.

Để tránh nghi ngờ, khẳng định rằng trong phần mô tả chung trên đây, theo cách thông thường, việc đưa ra các phương án ưu tiên và lựa chọn chung đối với các dấu hiệu khác nhau của nam châm và các phương pháp tạo nên phương án bao gồm sự kết hợp chung của các phương án ưu tiên và lựa chọn chung đối với các dấu hiệu khác nhau miễn là chúng có thể kết hợp và tương thích và được đưa ra trong cùng một ngữ cảnh.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B có thành phần chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử R là ít nhất hai trong số các nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M_1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, và W, từ $4,8+2 \times m$ đến $5,9+2 \times m\%$ nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , tối đa 10% nguyên tử Co, tối đa 0,5% nguyên tử cacbon, tối đa 1,5% nguyên tử oxy, tối đa 0,5% nguyên tử nitơ, và phần còn lại là Fe, chứa pha chính là hợp chất liên kim loại $R_2(Fe,(Co))_{14}B$, và có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe) ở nhiệt độ trong phòng, trong đó:

nam châm này chứa pha borua M_2 ở điểm chấp ba của biên hạt, nhưng không chứa pha hợp chất $R_{1,1}Fe_4B_4$, có cấu trúc lõi/vỏ mà trong đó pha chính được bao phủ bằng pha biên hạt chứa pha R-Fe(Co)- M_1 dạng vô định hình và/hoặc dạng tinh thể nano có cỡ hạt nhỏ hơn 10 nm chủ yếu chứa từ 25 đến 35% nguyên tử R, từ 2 đến 8% nguyên tử M_1 , tối đa 8% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe, hoặc pha R-Fe(Co)- M_1 và pha R- M_1 dạng tinh thể hoặc dạng tinh thể nano có cỡ hạt nhỏ hơn 10 nm và dạng vô định hình có ít nhất 50% nguyên tử R, trong đó pha R-Fe(Co)- M_1 ở bên ngoài và bao quanh pha chính, và trong đó độ bao phủ diện tích bề mặt của pha R-Fe(Co)- M_1 trên pha chính ít nhất là 50%, và bề rộng của pha biên hạt giữa các hạt ít nhất là 10 nm và trung bình ít nhất là 50nm,

trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

định hình bột hợp kim thành bánh ép tươi, bột hợp kim này thu được bằng cách nghiền mịn hợp kim chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử R là ít nhất hai trong số các nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa

Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M_1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta và W, từ $4,8+2 \times m$ đến $5,9+2 \times m\%$ nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , tối đa 10% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe,

thiêu kết bánh ép tươi này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1.000 đến 1.150°C,

làm nguội bánh ép đã được thiêu kết này xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn,

xử lý nhiệt sau thiêu kết bằng cách nung bánh ép đã được thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700 đến 1.100°C, nhiệt độ này cao hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)- M_1 , và làm nguội xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút, và

xử lý hóa già bánh ép đã được thiêu kết này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C, nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha R-Fe(Co)- M_1 để tạo ra pha R-Fe(Co)- M_1 ở biên hạt, và làm nguội xuống đến nhiệt độ 200°C hoặc thấp hơn.

2. Phương pháp chế tạo nam châm thiêu kết trên cơ sở R-Fe-B có thành phần chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử R là ít nhất hai trong số các nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M_1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, và W, từ $4,8+2 \times m$ đến $5,9+2 \times m\%$ nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , tối đa 10% nguyên tử Co, tối đa 0,5% nguyên tử cacbon, tối đa 1,5% nguyên tử oxy, tối đa 0,5% nguyên tử nitơ, và phần còn lại là Fe, chứa pha chính là hợp chất liên

kim loại $R_2(Fe,(Co))_{14}B$, và có độ kháng từ ít nhất là 800kA/m (10kOe) ở nhiệt độ trong phòng, trong đó:

nam châm này chứa pha borua M_2 ở điểm chấp ba của biên hạt, nhưng không chứa pha hợp chất $R_{1,1}Fe_4B_4$, có cấu trúc lõi/vỏ mà trong đó pha chính được bao phủ bằng pha biên hạt chứa pha R-Fe(Co)- M_1 dạng vô định hình và/hoặc dạng tinh thể nano có cỡ hạt nhỏ hơn 10 nm chủ yếu chứa từ 25 đến 35% nguyên tử R, từ 2 đến 8% nguyên tử M_1 , tối đa 8% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe, hoặc pha R-Fe(Co)- M_1 và pha R- M_1 dạng tinh thể hoặc dạng tinh thể nano có cỡ hạt nhỏ hơn 10 nm và dạng vô định hình có ít nhất 50% nguyên tử R, trong đó pha R-Fe(Co)- M_1 ở bên ngoài và bao quanh pha chính, và trong đó độ bao phủ diện tích bề mặt của pha R-Fe(Co)- M_1 trên pha chính ít nhất là 50%, và bề rộng của pha biên hạt giữa các hạt ít nhất là 10 nm và trung bình ít nhất là 50nm, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

định hình bột hợp kim thành bánh ép tươi, bột hợp kim này thu được bằng cách nghiền mịn hợp kim chủ yếu chứa từ 12 đến 17% nguyên tử R là ít nhất hai trong số các nguyên tố ytri và đất hiếm và chủ yếu chứa Nd và Pr, từ 0,1 đến 3% nguyên tử M_1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi, từ 0,05 đến 0,5% nguyên tử M_2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta và W, từ $4,8+2 \times m$ đến $5,9+2 \times m\%$ nguyên tử B, trong đó m là nồng độ nguyên tử của M_2 , tối đa 10% nguyên tử Co, và phần còn lại là Fe,

thiêu kết bánh ép tươi này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1.000 đến 1.150°C,

làm nguội bánh ép đã được thiêu kết này xuống đến nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C/phút, và

xử lý hóa già bánh ép đã được thiêu kết này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C, nhiệt độ này thấp hơn nhiệt độ bao tinh của pha

R-Fe(Co)-M₁ để tạo ra pha R-Fe(Co)-M₁ ở biên hạt, và làm nguội xuống đến nhiệt độ 200°C hoặc thấp hơn.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong pha R-Fe(Co)-M₁, M₁ chứa từ 0,5 đến 50 % nguyên tử Si và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi.

4. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong pha R-Fe(Co)-M₁, M₁ chứa từ 1,0 đến 80 % nguyên tử Ga và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi.

5. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong pha R-Fe(Co)-M₁, M₁ chứa từ 0,5 đến 50 % nguyên tử Al và phần còn lại là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Si, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Pb, và Bi.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó tổng lượng Dy, Tb và Ho nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0% nguyên tử.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó pha biên hạt R-Fe(Co)-M₁ có mặt với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1 đến 20% thể tích.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó bề rộng của pha R-Fe(Co)-M₁ ở biên hạt giữa các hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 500 nm.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó độ bao phủ diện tích bề mặt của pha biên hạt $R-Fe(Co)-M_1$ trên pha chính ít nhất là 50%.

FIG.1

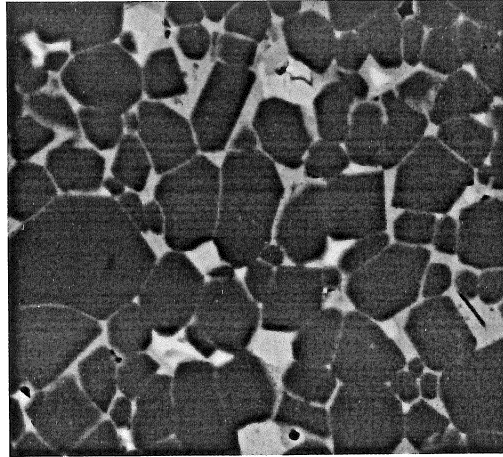


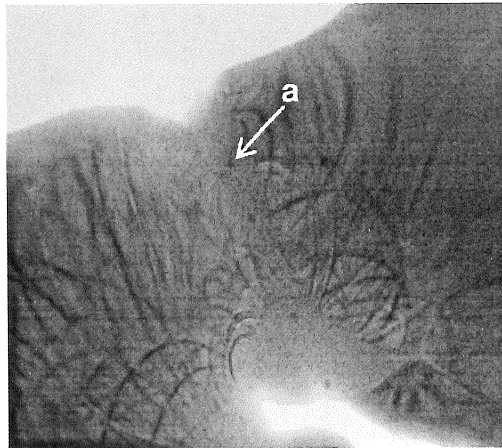
FIG.2(A)**FIG.2(B)**

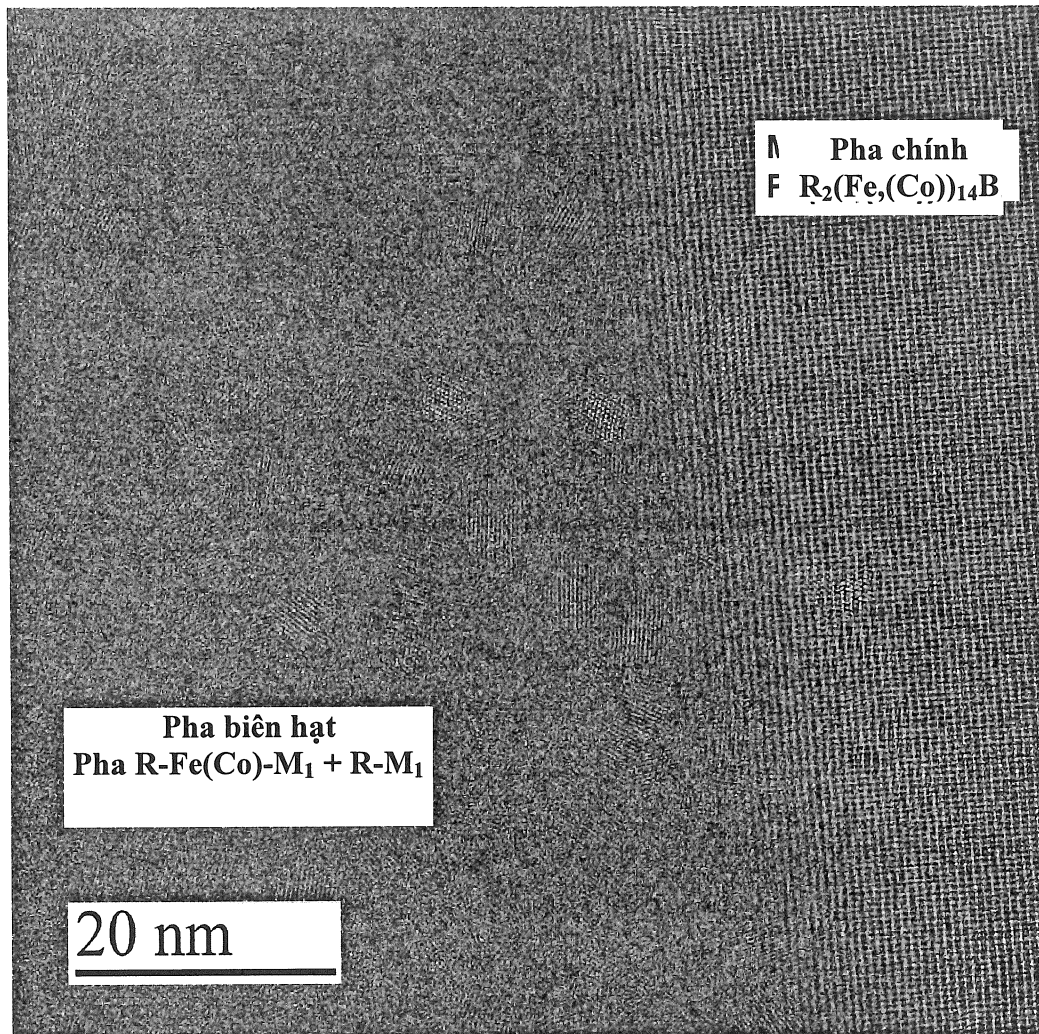
FIG.3

FIG.4

