



(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)



1-0041567

(51)^{2021.01} H01F 1/057; B22F 3/00; C22C 38/00

(13) B

(21) 1-2022-04129

(22) 24/11/2020

(86) PCT/JP2020/043600 24/11/2020

(87) WO2021/111921 10/06/2021

(30) 2019-218668 03/12/2019 JP

(45) 25/11/2024 440

(43) 25/10/2022 415

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

4-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1000005, Japan

(72) KUME Tetsuya (JP); SAKAKI Kazuaki (JP).

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

(54) NAM CHÂM THIÊU KẾT BẰNG ĐẤT HIỂM

(57) Sáng chế đề cập đến nam châm thiêu kết bằng đất hiếm, khác biệt ở chỗ: R (R biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, trong đó Nd là chủ yếu), T (T biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ các nguyên tố nhóm sắt, trong đó Fe là chủ yếu), X (X biểu thị một hoặc hai nguyên tố được chọn từ B và C, trong đó B là chủ yếu), M¹ (M¹ biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ Al, Si, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Ge, Mo, Sn, W, Pb, và Bi), 0,1% khối lượng trở xuống của O, 0,05% khối lượng trở xuống của N, và 0,07% khối lượng trở xuống của C được chứa; kích thước hạt tinh thể trung bình khoảng 4,0 μm trở xuống; và biểu thức quan hệ (1) $0,26 \times D + 97 \leq Or \leq 0,26 \times D + 99$ được thỏa mãn giả sử rằng mức độ định hướng là Or [%] và kích thước hạt tinh thể trung bình là D [μm]. Với nam châm thiêu kết bằng đất hiếm này, có thể đạt được các đặc tính từ vượt trội mà trong đó đều đạt được cả Br cao và H_{cJ} cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nam châm thiêu kết bằng đất hiếm có các tính chất từ tuyệt vời bao gồm cả Br cao và H_{CJ} cao và phương pháp tạo ra nó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm là một loại vật liệu chức năng cần thiết cho việc tiết kiệm năng lượng và mang lại nhiều chức năng hơn, và phạm vi ứng dụng và lượng sản xuất của chúng đang được mở rộng hàng năm. Trong số các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm, các nam châm thiêu kết trên sơ sở Nd, dưới đây, được gọi là các nam châm Nd, có độ từ dư cao (dưới đây, được ký hiệu là Br). Ví dụ, chúng được dùng trong các động cơ dẫn động trong các xe ô tô hỗn hợp và xe chạy điện, các động cơ trong các hệ thống lái trợ lực bằng điện, các động cơ trong các máy nén khí của máy điều hòa không khí, và các động cơ của cuộn dây thoại (VCM - voice coil motor) trong các ổ đĩa cứng. Trong khi các nam châm Nd có Br cao được dùng trong các động cơ cho các ứng dụng khác nhau, Mong muốn là các nam châm Nd có các trị số Br cao hơn để sản xuất các động cơ có kích thước nhỏ hơn.

Mặt khác, các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm giảm độ kháng từ của chúng (dưới đây, được ký hiệu là H_{CJ}) ở nhiệt độ cao, với quá trình khử từ nhiệt không thuận nghịch xảy ra. Vì lý do này, các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm được dùng trong các động cơ lắp trên các loại xe khác nhau, đặc biệt là các xe chạy điện cần phải có các trị số H_{CJ} cao hơn.

Các phương tiện đã biết để gia tăng Br của các nam châm Nd được phân chia ra thành cách tiếp cận từ khía cạnh thành phần và cách tiếp cận từ khía cạnh sản xuất. Cách tiếp cận đã biết từ khía cạnh thành phần bao gồm phương pháp làm giảm hàm lượng R để làm tăng tỷ lệ của pha $R_2T_{14}X$ trong nam châm Nd và phương pháp làm giảm lượng các nguyên tố bổ sung, mà tạo ra dung dịch rắn có pha $R_2T_{14}X$ để làm giảm Br.

Tuy nhiên, đã biết rằng khi hàm lượng R hoặc các nguyên tố bổ sung khác được giảm, H_{CJ} của các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm liên quan đến sức chịu

hiệt được giảm. Cụ thể là, khi hàm lượng R được giảm, có nguy cơ như mất khả năng thiêu kết và sự phát triển hạt bất thường ở bước thiêu kết nam châm Nd trong đó hiện tượng đông đặc xảy ra đi kèm với việc tạo ra pha lỏng. Do vậy, dùng cho mục đích thu được các nam châm Nd có các tính chất tốt hơn, điều quan trọng là phải đạt được Br cao trong khi ngăn chặn sự sụt giảm H_{cJ} do hàm lượng R hoặc các nguyên tố bổ sung khác bị giảm. Mặc dù, nói chung đã biết rằng để bổ sung các nguyên tố đất hiếm nặng như Dy và Tb để ngăn chặn sự sụt giảm H_{cJ} hoặc để làm tăng H_{cJ} , cách tiếp cận này không phải luôn được coi là thích hợp vì các nguyên tố đất hiếm nặng như Dy và Tb là các tài nguyên hiếm và đắt tiền và việc bổ sung các nguyên tố như vậy có thể dẫn đến sự sụt giảm Br.

Cách tiếp cận đã biết từ khía cạnh sản xuất bao gồm phương pháp làm tăng lượng chất bôi trơn (ví dụ, các axit béo bão hòa và este của chúng), mà được bổ sung vào bột trước khi tạo hình dạng để cải thiện mức độ định hướng của pha $R_2T_{14}X$, và phương pháp điều chỉnh các điều kiện sản xuất, thường là làm tăng từ trường tác dụng khi tạo hình dạng.

Tuy nhiên, đã nhận thấy rằng khi lượng chất bôi trơn, mà được bổ sung vào bột trước khi tạo hình dạng được tăng, nam châm Nd tạo thành thường bị giảm giảm đáng kể H_{cJ} do việc có nhiều C có nguồn gốc từ chất bôi trơn mặc dù có được lượng Br tăng do mức độ định hướng đã được cải thiện. Ngoài ra, dùng cho mục đích tăng từ trường tác dụng khi tạo hình dạng để định hướng pha $R_2T_{14}X$, nam châm điện để tạo ra từ trường phải có kích thước lớn hơn, điều này cần phải mở rộng thiết bị liên quan và thu hẹp không gian từ trường, không đạt được hiệu quả công nghiệp.

Trong khi đó, một phương tiện đã biết để gia tăng H_{cJ} của các nam châm Nd là giảm kích thước của các hạt tinh thể. Điều đó chủ yếu dùng để giảm kích thước hạt của bột mịn trong quá trình nghiền thành bột mịn hợp kim ban đầu trước khi tạo hình dạng, nhờ vậy thu được các hạt tinh thể có kích thước nhỏ khi kết thúc quá trình thiêu kết. Đã biết rằng trong khoảng nhất định của kích thước hạt, H_{cJ} tăng theo tỷ lệ tuyến tính với sự giảm kích thước.

Khi vật liệu nam châm được nghiền thành bột mịn dưới một mức độ nhất định, khả năng nghiền thành bột giảm trong quá trình nghiền thành bột mịn và nồng độ các tạp chất (chủ yếu là oxy và nito) trong vật liệu đã được nghiền thành bột mịn trở nên

cao do sự tăng khả năng phản ứng của vật liệu đã được nghiền thành bột mịn. Kết quả là, H_{cJ} của nam châm Nd giảm, hoặc thậm chí khi quan sát thấy mức tăng của H_{cJ} , rất khó áp dụng kỹ thuật khuếch tán qua ranh giới hạt (được mô tả dưới đây). Để cải thiện các vấn đề này, Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ cách thay đổi khí phun trong quá trình nghiền thành bột mịn thành khí trơ như He hoặc Ar.

Phương pháp khác để gia tăng H_{cJ} của các nam châm Nd đã biết đến từ các tài liệu sáng chế 2 và 3, liên quan đến phương pháp cho phép nguyên tố đất hiếm nặng (ví dụ, Dy hoặc Tb) thu gom một cách lựa chọn ở pha ranh giới hạt trong nam châm Nd (dưới đây, được gọi là kỹ thuật khuếch tán qua ranh giới hạt). Phương pháp này bao gồm các bước lắng đọng hợp chất của nguyên tố đất hiếm nặng như Dy hoặc Tb lên bề mặt nam châm như bằng cách phủ, và thực hiện việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao. Đối với các hạt pha chính trong nam châm Nd, cấu trúc có nồng độ Dy hoặc Tb cao chỉ được tạo ra trong vùng của hạt pha chính ở gần với ranh giới hạt. Hiệu quả gia tăng H_{cJ} cao đạt được trong khi vẫn hạn chế sự sụt giảm Br.

Tài liệu sáng chế 1: WO 2014/142137

Tài liệu sáng chế 2: WO 2006/044348

Tài liệu sáng chế 3: WO 2013/100010

Tuy nhiên, phương pháp theo tài liệu sáng chế 1 và kỹ thuật khuếch tán qua ranh giới hạt theo các tài liệu sáng chế 1 và 2 có các vấn đề sau.

Tài liệu sáng chế 1 đề xuất phương pháp thay đổi khí phun để nghiền thành bột mịn thành khí trơ như He hoặc Ar, vốn khó thực hiện đối với sản xuất công nghiệp khi tính đến mức chênh lệch chi phí so với khí nitơ. Ngoài ra, kỹ thuật khuếch tán qua ranh giới hạt khá hiệu quả để đạt được độ kháng từ cao, nhưng gặp phải vấn đề là hiệu quả gia tăng H_{cJ} bị mất đi đáng kể khi hàm lượng các nguyên tố bổ sung hoặc R không liên quan trong nam châm Nd được giảm để gia tăng Br của nam châm Nd hoặc khi hàm lượng các nguyên tố tạp chất (ví dụ, cacbon, oxy và nitơ) tăng do tăng lượng chất bôi trơn để thúc đẩy sự định hướng. Do mức độ hiệu quả gia tăng H_{cJ} bị giới hạn, cần phải tăng độ kháng từ H_{cJ} của chính vật liệu tạo nam châm trước khi khuếch tán qua ranh giới hạt khi nam châm được dùng trong ứng dụng của các xe chạy điện và các loại xe tương tự khi cần có sức chịu nhiệt cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế, đã được tạo ra nhằm khắc phục các vấn đề nêu trên, là đề xuất nam châm thiêu kết bằng đất hiếm đáp ứng cả Br cao và H_{cJ} cao bằng cách thực hiện cách tiếp cận khác với phương pháp nghiền thành bột mịn trong quá trình sản xuất và khuếch tán qua ranh giới hạt như đã đề xuất trong các giải pháp kỹ thuật đã biết.

Thực hiện các nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích nêu trên với sự tập trung vào lượng tạp chất, kích thước hạt tinh thể trung bình, và mức độ định hướng của nam châm thiêu kết bằng đất hiếm, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nam châm thiêu kết bằng đất hiếm có các tính chất từ tuyệt vời bao gồm cả Br cao và H_{cJ} cao thu được khi các hàm lượng của O, N và C, thường được coi là các tạp chất trong các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm được giảm, kích thước hạt tinh thể trung bình của nam châm được kiểm soát đến hoặc dưới $4,0\mu\text{m}$, và mức độ định hướng đáp ứng mối quan hệ cụ thể về kích thước hạt tinh thể trung bình. Sáng chế được dự đoán dựa vào phát hiện này.

Theo đó, sáng chế đề xuất nam châm thiêu kết bằng đất hiếm như được xác định dưới đây.

[1]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm bao gồm R, T, X, và M^1 trong đó R là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, về cơ bản bao gồm Nd, T là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố nhóm sắt, về cơ bản bao gồm Fe, X là một hoặc hai nguyên tố được chọn từ B và C, về cơ bản bao gồm B, M^1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Al, Si, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Ge, Mo, Sn, W, Pb, và Bi, nam châm chứa đến 0,1% khối lượng O, đến 0,05% khối lượng N, và đến 0,07% khối lượng C, và có kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4,0\mu\text{m}$ và mức độ định hướng đáp ứng mối quan hệ (1):

$$0,26 \times D + 97 \leq Or \leq 0,26 \times D + 99 \quad (1)$$

trong đó Or là mức độ định hướng (%) và D là kích thước hạt tinh thể trung bình (μm).

[2]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục [1], chứa nguyên tố R được đưa vào nam châm sau khi thiêu kết bằng khuếch tán qua ranh giới hạt, như một phần của R.

[3]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục [2], trong đó nguyên tố R được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Dy, Tb, và Ho.

[4]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], đáp ứng mỗi quan hệ (2):

$$[T]/14 \leq [X] \leq [R]/2 \quad (2)$$

trong đó [R], [T], và [X] lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, và X.

[5]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó nam châm này còn bao gồm M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta, trong đó nam châm đáp ứng mỗi quan hệ (3):

$$([T]/14) + ([M^2] \times 2) \leq [X] \leq ([R]/2) + ([M^2] \times 2) \quad (3)$$

trong đó [R], [T], [X], và $[M^2]$ lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, X, và M^2 .

[6]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo [5] trong đó hàm lượng M^2 lên đến 0,5%.

[7]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], trong đó hàm lượng R nằm trong khoảng từ 12,5 đến 16,0% và hàm lượng M^1 nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0%.

Các hiệu quả có lợi của sáng chế

Lúc này, các hàm lượng O, N và C, kích thước hạt tinh thể trung bình, và mức độ định hướng của nam châm thiêu kết bằng đất hiếm được điều chỉnh theo các khoảng cụ thể và mối tương quan của kích thước hạt tinh thể trung bình với mức độ định hướng được tối ưu hóa, nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo sáng chế có các tính chất từ tuyệt vời bao gồm cả Br cao và H_{cJ} cao.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được xác định trên đây, sáng chế đề xuất nam châm thiêu kết bằng đất hiếm bao gồm R, T, X, và M^1 trong đó R là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, về cơ bản bao gồm Nd, T là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố nhóm sắt, về cơ bản bao gồm Fe, X là một hoặc hai nguyên tố được chọn từ B và C, về cơ bản bao gồm B, M^1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Al, Si, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Ge, Mo, Sn, W, Pb, và Bi, và chứa O, C, và N như các tạp chất ngẫu nhiên.

R là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, về cơ bản bao gồm neodim (Nd), như đã nêu trên. Mặc dù hàm lượng R không bị giới hạn cụ thể, tốt hơn là, hàm lượng R ít nhất khoảng 12,5%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 13,0%, từ các khía cạnh hạn chế sự kết tinh của α -Fe trong hợp kim nóng chảy và thúc đẩy hiện tượng đông đặc bình thường trong quá trình thiêu kết. Ngoài ra, tốt hơn là, hàm lượng R lên đến 16,0%, tốt hơn nữa là đến 15,5%, từ khía cạnh thu được Br cao.

Mặc dù tỷ lệ của Nd trong R không bị giới hạn cụ thể, tốt hơn là ít nhất khoảng 60%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 75% trong toàn bộ các nguyên tố R. Mặc dù các nguyên tố R khác với Nd không bị giới hạn cụ thể, tốt hơn là có chứa Pr, Dy, Tb, Ho, Ce, và Y.

T là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố nhóm sắt, tức là, Fe, Co, và Ni, về cơ bản bao gồm cả sắt (Fe), như đã nêu trên. Hàm lượng T là sự cân bằng của R, X, M^1 , O, C, N, và M^2 (được mô tả dưới đây), và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70% đến 80%. Lưu ý là, tốt hơn là, hàm lượng Fe nằm trong khoảng từ 70% đến 85%, tốt hơn nữa là từ 75% đến 80% trong toàn bộ nam châm bằng đất hiếm.

X là một hoặc hai nguyên tố được chọn từ bo (B) và cacbon (C), về cơ bản bao gồm B, như đã nêu trên. Tốt hơn là, hàm lượng X ít nhất khoảng 5,0%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 5,5%, từ khía cạnh hoàn toàn tạo ra pha chính để thu được Br cao. Xét sự ảnh hưởng đến sự kết tủa Br trong pha $Nd_1Fe_4X_4$ trong trường hợp các hàm lượng X quá cao, tốt hơn là, hàm lượng X lên đến 8,0%, tốt hơn nữa là đến 7,0%.

Mặc dù không tới hạn, tốt hơn là, các hàm lượng của R, T, và X đáp ứng mối quan hệ (2):

$$[T]/14 \leq [X] \leq [R]/2 \quad (2)$$

trong đó [R], [T], và [X] lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, và X.

Tức là, tốt hơn là, hàm lượng X ít nhất khoảng $[T]/14$, khi được xem xét từ sự ảnh hưởng đến Br của việc giảm tỷ lệ pha $R_2T_{14}X$ và sự ảnh hưởng đến H_{CJ} của việc tạo ra pha R_2T_{17} . Ngoài ra, tốt hơn là, hàm lượng X lên đến $[R]/2$, xét sự ảnh hưởng đến Br của tỷ lệ pha $R_2T_{14}X$ thay đổi theo việc tạo ra pha giàu X như pha $R_{1,1}Fe_4B_4$.

M^1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Al, Si, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Ge, Mo, Sn, W, Pb, và Bi, như đã nêu trên. Tốt hơn là, hàm lượng M^1 ít nhất khoảng 0,1%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 0,3%, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 0,5%, từ khía cạnh đảm bảo đủ khoảng nhiệt độ tối ưu trong quá trình xử lý nhiệt để thu được năng suất thỏa mãn và khía cạnh hạn chế sự giảm H_{CJ} . Ngoài ra, tốt hơn là, hàm lượng M^1 lên đến 2,0%, tốt hơn nữa là đến 1,5%, từ khía cạnh tạo ra Br cao.

Hàm lượng O lên đến 0,1% khối lượng, tốt hơn là đến 0,08% khối lượng. Nếu hàm lượng O vượt quá 0,1% khối lượng, các tính chất từ, đặc biệt là H_{CJ} sẽ giảm. Hàm lượng N lên đến 0,05% khối lượng, tốt hơn là đến 0,03% khối lượng. Nếu hàm lượng N vượt quá 0,05% khối lượng, H_{CJ} sẽ giảm. Hàm lượng C bao gồm cả C được chứa như một phần của nguyên tố X lên đến 0,07% khối lượng, tốt hơn là đến 0,05% khối lượng. Nếu hàm lượng C vượt quá 0,07% khối lượng, H_{CJ} sẽ giảm. Mặc dù theo sáng chế, tốt hơn là, các hàm lượng của O, N và C càng thấp càng tốt, nói chung các nguyên tố này là ngẫu nhiên và khó loại bỏ hoàn toàn.

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm phải có kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4\mu\text{m}$, tốt hơn là đến $3,5\mu\text{m}$. Nếu kích thước hạt tinh thể trung bình vượt quá $4\mu\text{m}$, có thể khó thu được H_{cJ} cao, không đạt được mục đích của sáng chế. Ví dụ, kích thước hạt tinh thể trung bình có thể được đo bằng quy trình sau. Trước hết, mặt cắt ngang của nam châm thiêu kết được đánh bóng để hoàn thiện như gương. Nam châm được nhúng chìm trong chất khắc ăn mòn chẳng hạn, thuốc thử Vilella (hỗn hợp của glyxerol, axit nitric và axit clohydric theo tỷ lệ 3:1:2) để khắc ăn mòn theo lựa chọn pha ranh giới hạt. Mặt cắt ngang đã được khắc ăn mòn được quan sát dưới kính hiển vi laze. Việc phân tích ảnh được thực hiện trên ảnh quan sát được, và diện tích mặt cắt ngang của các hạt riêng biệt được đo, mà từ đó đường kính của vòng tròn tương đương được tính. Kích thước hạt trung bình được tính dựa trên dữ liệu về phần diện tích của mỗi kích thước hạt. Tốt hơn, nếu kích thước hạt trung bình là giá trị trung bình của nhiều hạt trong các ảnh có các đốm, ví dụ, giá trị trung bình của tổng số khoảng 2,000 hạt trở lên trong các ảnh có 20 đốm khác nhau hoặc nhiều hơn.

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm được điều chỉnh sao cho nó có mức độ định hướng đáp ứng mỗi quan hệ (1):

$$0,26 \times D + 97 \leq Or \leq 0,26 \times D + 99 \quad (1)$$

trong đó Or là mức độ định hướng (%) và D là kích thước hạt tinh thể trung bình (μm).

Khi mỗi quan hệ (1) được đáp ứng, các trị số cao của Br và H_{cJ} sẽ sẵn có. Mặc dù không được hiểu rõ, lý do được phỏng đoán như sau. Nói chung, việc giảm của kích thước hạt tinh thể đạt được bằng cách giảm kích thước của các hạt mịn trước khi tạo hình dạng và thiêu kết. Khi kích thước hạt bột mịn càng nhỏ, diện tích bề mặt của bột mịn càng lớn. Sau đó, lực cản ma sát trong số các hạt mịn tăng gây nhiều loạn sự định hướng của các hạt mịn trong quá trình tạo hình dạng trong từ trường. Trong thí nghiệm của các tác giả sáng chế về một lượng thay đổi như vậy, đối với bột mịn tương ứng với kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4\mu\text{m}$, sự thay đổi bất lợi khoảng 0,26% được ghi so với sự giảm $1\mu\text{m}$ về kích thước hạt tinh thể. Đã biết rằng không thể đạt được trị số cao của Br từ bột mịn có mức độ định hướng thấp trong khi xảy ra

sự sụt giảm mạnh H_{CJ} trong trường hợp mức độ định hướng quá cao. Xem xét các hiện tượng này một cách toàn diện, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các trị số cao của Br và H_{CJ} luôn sẵn có khi mức độ định hướng đáp ứng mối quan hệ (1).

Từ khía cạnh tận dụng tiềm năng của vật liệu để thu được các trị số cao của Br, tốt hơn là mức độ định hướng Or (%) ít nhất khoảng 96%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 97%. Tốt hơn là, nam châm phải đáp ứng mối quan hệ (1) cũng như mức độ định hướng trong khoảng ưu tiên và kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4\mu m$. Lưu ý rằng, mức độ định hướng Or (%) có thể được đo bằng các kỹ thuật đã biết bất kỳ, thường là kỹ thuật phân tích nhiễu xạ phân tán ngược điện tử (EBSD - electron back scatter diffraction).

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm có thể chứa M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta. Việc bao gồm M^2 có hiệu quả để ngăn chặn các hạt tinh thể phát triển bất thường trong quá trình bước thiêu kết để tránh sự sụt giảm Br. Tốt hơn là, hàm lượng M^2 lên đến 0,5%, tốt hơn nữa là đến 0,3%, thậm chí tốt hơn nữa là đến 0,2%, mặc dù không tới hạn. Nếu hàm lượng M^2 vượt quá 0,5%, nguyên tố M^2 đôi khi có thể tạo ra pha M^2 -X để làm giảm tỷ lệ của pha $R_2T_{14}X$, dẫn đến sự sụt giảm Br.

Khi nam châm chứa nguyên tố M^2 , các hàm lượng của R, T, X và M^2 tốt hơn là đáp ứng mối quan hệ (3):

$$([T]/14) + ([M^2] \times 2) \leq [X] \leq ([R]/2) + ([M^2] \times 2) \quad (3)$$

trong đó [R], [T], [X], và $[M^2]$ lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, X, và M^2 . Tức là, khi có chứa M^2 , tốt hơn là, hàm lượng X ít nhất khoảng $([T]/14) + ([M^2] \times 2)$ từ các khía cạnh sự ảnh hưởng đến Br của việc giảm tỷ lệ pha $R_2T_{14}X$ và sự ảnh hưởng đến H_{CJ} của việc tạo ra pha R_2T_{17} , và tốt hơn là đến $([R]/2) + ([M^2] \times 2)$, khi được xem xét từ sự ảnh hưởng đến Br của tỷ lệ pha $R_2T_{14}X$ thay đổi theo việc tạo ra pha giàu X như pha $R_{1,1}Fe_4B_4$.

Ngoài các nguyên tố nêu trên, nam châm thiêu kết bằng đất hiếm có thể chứa các nguyên tố như H, F, Mg, P, S, Cl và Ca là các tạp chất ngẫu nhiên. Đối với hàm lượng của các tạp chất ngẫu nhiên này, tốt hơn là đến 0,1% khối lượng tổng số các

tạp chất ngẫu nhiên dựa trên tổng số các nguyên tố cấu thành và các tạp chất ngẫu nhiên được phép mặc dù hàm lượng các tạp chất ngẫu nhiên càng thấp càng tốt.

Tiếp theo, phương pháp tạo nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo sáng chế được mô tả.

Phương pháp tạo nam châm thiêu kết bằng đất hiếm bao gồm các bước về cơ bản tương tự như các bước được dùng trong phương pháp luyện kim bột thông thường và không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, phương pháp bao gồm các bước nấu chảy các nguyên liệu thô để tạo ra hợp kim ban đầu có thành phần định trước, nghiền hợp kim ban đầu thành bột mịn hợp kim, tạo hình dạng bằng cách nén bột mịn hợp kim dưới từ trường thành khối ép, và xử lý nhiệt khối ép này thành nam châm thiêu kết.

Trước hết, ở bước nấu chảy, các kim loại hoặc hợp kim làm các nguyên liệu thô cho nguyên tố cần thiết được cân để đáp ứng thành phần định trước. Sau khi cân, các nguyên liệu thô được nấu chảy, ví dụ, bằng cách làm nóng cảm ứng tần số cao. Chất nấu chảy được làm nguội để tạo ra hợp kim ban đầu. Để đúc hợp kim ban đầu, kỹ thuật đúc nấu chảy đúc trong khuôn đúc phẳng hoặc khuôn đúc dạng quyển sách hoặc kỹ thuật đúc dải nói chung được dùng. Cũng áp dụng được ở đây được gọi là kỹ thuật hai hợp kim bao gồm việc cấp riêng biệt hợp kim gần đúng với thành phần hợp chất $R_2Fe_{14}B$ tạo thành pha chính và hợp kim giàu R dùng làm chất hỗ trợ pha lỏng ở nhiệt độ thiêu kết, nghiền, sau đó cân và trộn chúng. Do hợp kim gần đúng với thành phần pha chính có xu hướng cho phép pha α -Fe kết tinh tùy thuộc vào tốc độ làm nguội trong quá trình đúc và hợp kim thành phần, tốt hơn là, hợp kim phải chịu việc xử lý đồng nhất trong chân không hoặc môi trường Ar ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700 đến 1,200°C trong khoảng thời gian ít nhất một giờ, nếu muốn, dùng cho mục đích đồng nhất cấu trúc để loại bỏ pha α -Fe. Khi hợp kim gần đúng với thành phần pha chính được tạo ra bằng kỹ thuật đúc dải, việc xử lý đồng nhất có thể được bỏ qua. Đối với hợp kim giàu R dùng làm chất hỗ trợ pha lỏng, không chỉ có kỹ thuật đúc nêu trên, mà còn có thể áp dụng kỹ thuật gọi là kỹ thuật tôi nấu chảy.

Ví dụ, bước nghiền thành bột là bước nhiều giai đoạn bao gồm nghiền thành bột thô và các bước nghiền thành bột mịn. Ví dụ, ở bước nghiền thành bột thô, máy nghiền nhai, máy nghiền Brown hoặc máy nghiền dùng chốt, hoặc máy nghiền nhỏ

bằng hydro có thể được dùng. Khi áp dụng thực tế sáng chế, tốt hơn là, máy nghiền nhỏ bằng hydro được dùng dùng cho mục đích làm giảm các hàm lượng O, N và C để thu các tính chất từ được cải thiện mặc dù không tới hạn. Cụ thể là, khi hợp kim đã được tạo ra bằng cách đúc dải, tốt hơn là, máy nghiền nhỏ bằng hydro được áp dụng. Thông thường, thu được bột thô mà đã được nghiền thành bột thô đến kích thước nằm trong khoảng từ 0,05 đến 3mm, đặc biệt là từ 0,05 đến 1,5mm.

Ở bước nghiền thành bột mịn, ví dụ, kỹ thuật nghiền thành bột bột thô trên máy nghiền phun tia nhờ dùng dòng khí không oxy hóa như N_2 , He hoặc Ar có thể được dùng. Ở bước nghiền thành bột mịn, tốt hơn là, bột thô được nghiền thành bột đến kích thước nằm trong khoảng từ 0,2 đến $15\mu m$, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến $10\mu m$. Do các tạp chất O và N trong nam châm siêu kết bằng đất hiếm chủ yếu được đưa vào ở bước nghiền thành bột mịn, môi trường của máy nghiền phun tia phải được kiểm soát để các hàm lượng O và N trong nam châm có thể được điều chỉnh. Hàm lượng O trong nam châm siêu kết bằng đất hiếm được điều chỉnh bằng cách kiểm soát hàm lượng O và điểm sương của môi trường của máy nghiền phun tia. Tốt hơn là, môi trường nghiền thành bột được kiểm soát về nồng độ oxy đến 1 ppm và điểm sương khoảng $-60^\circ C$ hoặc thấp hơn.

Ngoài ra, hàm lượng N trong nam châm siêu kết bằng đất hiếm có thể được điều chỉnh, ví dụ, bằng (A) kỹ thuật nghiền thành bột mịn trên máy nghiền phun tia với vòi phun khí He hoặc Ar, (B) kỹ thuật nghiền thành bột mịn trên máy nghiền phun tia với vòi phun khí N_2 trong khi đưa hydro vào, hoặc (C) kỹ thuật nghiền thành bột mịn bột thô chứa hydro trên máy nghiền phun tia với vòi phun khí N_2 . Khi kỹ thuật (B) đưa khí hydro vào hoặc kỹ thuật (C) dùng bột thô chứa hydro được dùng, hydro ưu tiên hấp thụ vào bề mặt hoạt hóa, mà được tạo ra bằng hoạt động nghiền thành bột để ngăn chặn sự hấp thụ nitơ, nhờ vậy giảm hàm lượng N trong nam châm siêu kết bằng đất hiếm.

Ở một hoặc cả hai bước nghiền thành bột thô và mịn hợp kim ban đầu, chất bôi trơn như axit béo bão hòa hoặc este của nó có thể được bổ sung để gia tăng sự định hướng hoặc căn thẳng các hạt trong bước tiếp theo tạo hình dạng bột trong từ trường. Ở bước bổ sung chất bôi trơn, nảy sinh vấn đề nước đôi là việc tăng lượng chất bôi trơn được bổ sung nói chung có hiệu quả để thúc đẩy sự định hướng, nhưng

cacbon có nguồn gốc từ chất bôi trơn tạo ra nhiều pha R-CON hơn trong nam châm thiêu kết bằng đất hiếm dẫn đến sự sụt giảm đáng kể H_{cJ} . Khi bột mịn tạo ra theo kỹ thuật (C) nghiền thành bột mịn bột thô chứa hydro được dùng ở đây, tốt hơn là, lượng chất bôi trơn được bổ sung vào bột mịn được tăng để thúc đẩy sự định hướng. Theo phương pháp tạo nam châm thiêu kết bằng đất hiếm từ bột mịn như vậy, do hydro bên trong được giải phóng trong quá trình xử lý nhiệt, hydro có tác dụng phân hủy chất bôi trơn (đã hấp thụ về mặt hóa học vào các bề mặt hạt mịn) thông qua phản ứng khử cacbonyl hoặc các phản ứng tương tự, và phản ứng cracking tạo ra khí hydro tiếp tục phân hủy và phân ly thành các rượu thấp dễ bay hơi. Do đó, hàm lượng C còn lại trong nam châm thiêu kết bằng đất hiếm được giảm.

Ở bước tạo hình dạng, hợp kim bột được tạo hình dạng bằng cách nén thành khối ép bằng máy tạo hình dạng bằng cách nén trong khi tác dụng từ trường nằm trong khoảng từ 400 đến 1,600kA/m để định hướng hoặc căn thẳng các hạt bột theo hướng của trục từ hóa dễ dàng. Tốt hơn là, khối ép có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 2,8 đến 4,2g/cm³. Tốt hơn là, khối ép có tỷ trọng ít nhất khoảng 2,8g/cm³ từ khía cạnh thiết lập độ bền của khối ép để dễ xử lý. Để tăng hơn nữa độ bền của khối ép khi được tạo hình dạng, chất dính kết như PVA hoặc axit béo có thể được bổ sung vào bột. Ngoài ra, tốt hơn là, khối ép có tỷ trọng đến 4,2g/cm³ từ các khía cạnh thiết lập đủ độ bền của khối ép và ngăn chặn sự xáo trộn bất kỳ về định hướng hạt trong quá trình nén để thu được Br thích hợp. Tốt hơn là, bước tạo hình dạng được thực hiện trong môi trường khí trơ như khí nitơ hoặc Ar để ngăn không cho bột mịn hợp kim bị oxy hóa.

Bước xử lý nhiệt là thiêu kết khối ép thu được từ bước tạo hình dạng trong môi trường không oxy hóa như khí Ar hoặc trong chân không cao. Theo phương pháp của sáng chế dùng bột thô chứa hydro tạo ra theo kỹ thuật (C), tốt hơn là, khối ép được giữ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 600°C trong khoảng thời gian từ 5 phút đến 1 giờ trong môi trường không oxy hóa hoặc chân không môi trường thấp để ngăn ngừa sự xuất hiện các vết nứt do sự giảm nhiệt độ và chênh lệch nhiệt độ trong khối ép liên quan đến việc giải phóng (phản ứng thu nhiệt) khí hydro trong khối ép, trước khi khối ép được đốt cháy. Thông thường, tốt hơn là, bước thiêu kết được thực hiện bằng cách giữ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 950°C đến 1,200°C

trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 10 giờ. Sau đó, thân đã thiêu kết có thể được xử lý nhiệt ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ thiêu kết dùng cho mục đích gia tăng H_{CJ} . Việc xử lý nhiệt này sau khi thiêu kết có thể là việc xử lý nhiệt theo hai giai đoạn bao gồm việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao và việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ thấp hoặc một lần xử lý nhiệt ở nhiệt độ thấp. Việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao tốt hơn là để xử lý thân đã thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 600 đến 950°C. Việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ thấp tốt hơn là để xử lý thân đã thiêu kết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 600°C.

Theo cách này, thu được nam châm thiêu kết bằng đất hiếm trong phạm vi bảo hộ của sáng chế. Đối với nam châm thiêu kết bằng đất hiếm, kích thước hạt tinh thể trung bình có thể dễ được đo, ví dụ, thông qua quan sát dưới kính hiển vi laze như đã nêu trên. Cụ thể là, kích thước hạt trung bình được xác định bằng cách mài và hoàn thiện như gương nam châm, khắc ăn mòn bề mặt bằng chất khắc ăn mòn như dung dịch Nital hoặc thuốc thử Vilella, chụp ảnh điện tử phản xạ của bề mặt khắc ăn mòn, và thực hiện việc phân tích ảnh. Ngoài ra, mức độ định hướng có thể được đo bằng kỹ thuật phân tích nhiễu xạ phân tán ngược điện tử (EBSD - electron back scatter diffraction) như đã nêu trên.

Theo phương án khác, nam châm thiêu kết bằng đất hiếm thu được như vậy phải chịu việc xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt, cụ thể là được mài thành hình dạng mong muốn, được bao phủ bởi nguồn khuếch tán, và được xử lý nhiệt tiếp ở trạng thái mà nguồn khuếch tán có trên bề mặt nam châm. Nguồn khuếch tán là một hoặc một số chất được chọn từ các oxit của R^1 , florua của R^2 , oxyflorua của R^3 , hydroxit của R^4 , cacbonat của R^5 , cacbonat cơ bản của R^6 , một kim loại hoặc các hợp kim của R^7 trong đó mỗi chất từ R^1 đến R^7 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm. Phương tiện đảm bảo nguồn khuếch tán đến bề mặt nam châm có thể là kỹ thuật phủ nhúng để nhúng nam châm thiêu kết trong bùn sệt của nguồn khuếch tán dạng bột để phủ nam châm bằng bùn sệt và sấy khô, kỹ thuật in lưới, hoặc kỹ thuật phủ khô như phún xạ hoặc lắng đọng laze xung (PLD - pulsed laser deposition). Nhiệt độ xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt thấp hơn nhiệt độ thiêu kết và tốt hơn là ít nhất khoảng 700°C. Từ khía cạnh thu được nam châm thiêu kết có cấu trúc và các tính chất từ được cải thiện, tốt hơn là, thời gian xử lý nằm trong khoảng từ 5 phút đến 80 giờ, tốt hơn nữa là từ 10 phút đến 50 giờ, mặc dù không bị

giới hạn cụ thể. Việc xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt làm cho R^1 đến R^7 khuếch tán từ lớp phủ đến nam châm, nhờ vậy đạt được mức tăng hơn nữa H_{CJ} . Mặc dù nguyên tố đất hiếm được đưa vào nhờ quy trình xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt được ký hiệu là từ R^1 đến R^7 để thuận tiện cho việc mô tả, nguyên tố bắt đầu trong số từ R^1 đến R^7 đều được đưa vào trong thành phần R trong nam châm thiêu kết bằng đất hiếm khi kết thúc việc xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt. Tốt hơn, nếu nguồn khuếch tán có chứa từ R^1 đến R^7 là kim loại, hợp chất hoặc hợp chất liên kim loại có chứa HR là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Dy, Tb và Ho vì các nguyên tố này có hiệu quả hơn trong việc tăng H_{CJ} .

Mặc dù sáng chế chỉ yêu cầu là nam châm thiêu kết bằng đất hiếm đáp ứng thành phần nguyên tố và mối quan hệ (1), tốt hơn là, nam châm còn đáp ứng mối quan hệ (2) hoặc (3). Mặc dù không cần thiết là nam châm chứa R được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt dưới dạng nguyên tố R, tốt hơn là, nam châm cũng chứa R được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt vì các trị số H_{CJ} cao hơn sẽ sẵn có và mục đích là đáp ứng cả Br cao và H_{CJ} cao đạt được có hiệu quả hơn. Liên quan đến vấn đề này, đã biết rằng do R^1 đến R^7 được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt, nam châm thu được có sự phân bố đặc trưng của nồng độ R. Cụ thể là, đã biết rằng nồng độ (RE) của nguyên tố R trên bề mặt nam châm có nguồn khuếch tán lắng đọng trên đó và nồng độ (RC) của nguyên tố R ở tâm của nam châm đáp ứng mối quan hệ: $RE > RC$.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ và ví dụ so sánh được đưa ra dưới đây để minh họa hơn nữa sáng chế, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở đó.

Các ví dụ từ 1 đến 3

Bằng cách cấp kim loại Nd, kim loại Pr, kim loại Dy, hợp kim sắt từ-bo, Co điện phân, kim loại Al, kim loại Cu, kim loại Ga, kim loại Si, kim loại zirconium, và sắt điện phân (tất cả các kim loại đều có độ tinh khiết $\geq 99\%$), cân và trộn chúng theo tỷ lệ định trước, nấu chảy chúng, và đúc bằng phương pháp đúc dải, thu được hợp kim ban đầu dưới dạng vảy có độ dày nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,4mm. Hợp kim ban đầu dạng vảy được nghiền thành bột bằng máy nghiền nhỏ bằng hydro trong

môi trường hydro có áp suất thành bột nghiền thô. Đối với 100% khối lượng bột nghiền thô, như được thể hiện trong bảng 1, lượng axit stearic làm chất bôi trơn được bổ sung và trộn. Nhờ dùng máy nghiền phun tia, hỗn hợp phải được nghiền thành bột khô trong dòng nitơ, thu được bột nghiền mịn (hợp kim bột) có kích thước hạt nghiền D_{50} như được thể hiện trong bảng 1. Lưu ý rằng, kích thước hạt nghiền D_{50} là đường kính trung bình trên cơ sở thể tích được xác định bằng phương pháp nhiễu xạ laze dựa trên sự phân tán dòng khí.

Khuôn của máy tạo hình dạng được nạp đầy bột nghiền mịn trong môi trường khí trơ. Trong khi được định hướng dưới từ trường 15kOe (1,19MA/m), bột được tạo hình dạng bằng cách nén theo hướng vuông góc với từ trường. Khối ép thu được có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 3,0 đến 4,0g/cm³. Khối ép được giữ trong môi trường Ar ở nhiệt độ khoảng 600°C trong thời gian khoảng 2 giờ, sau đó được thiêu kết trong chân không ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1,040 đến 1,080°C (nhiệt độ được chọn cho mỗi mẫu sao cho đạt được đủ độ đông đặc bằng cách thiêu kết) trong thời gian khoảng 5 giờ, thu được khối nam châm Nd. Khối nam châm Nd có tỷ trọng ít nhất khoảng 7,5g/cm³.

Cấu trúc của nam châm thiêu kết được quan sát dưới kính hiển vi laze để xác định kích thước hạt tinh thể trung bình. Ngoài ra, mức độ định hướng của cấu trúc tinh thể của nam châm được đo bằng kỹ thuật phân tích EBSD. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1. Khối nam châm Nd phải chịu việc phân tích thành phần kim loại bằng máy đo phổ phát xạ quang plasma ghép cảm ứng (ICP-OES - inductively coupled plasma optical emission spectrometer). Nó cũng được phân tích oxy, cacbon và nitơ bằng việc phân tích khí hấp thụ tia hồng ngoại. Các kết quả được thể hiện trong bảng 2. Lưu ý rằng, dữ liệu trong bảng 2 là % khối lượng. Khối nam châm Nd được gia công thành mẫu dạng hình bình hành có kích thước 15mm x 7mm x 12mm. Mẫu được đo Br và H_{cJ} bằng chất đánh dấu BH, với các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Khối nam châm Nd được gia công thành khối dạng hình bình hành có kích thước 20mm x 20mm x 2,2mm. Khối này được nhúng chìm trong bùn sệt, mà thu được bằng cách trộn các hạt oxit tecbi có kích thước hạt trung bình khoảng 0,5 μ m với etanol theo tỷ lệ khối lượng khoảng 50%. Bằng cách phủ bùn sệt và sấy khô, lớp

phủ oxit tecbi được tạo ra trên bề mặt của khối nam châm Nd. Khối nam châm Nd có lớp phủ phải chịu việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao bao gồm việc làm nóng trong chân không ở nhiệt độ khoảng 950°C trong thời gian khoảng 5 giờ và làm nguội xuống đến 200°C với tốc độ làm nguội khoảng 20°C/phút, để khuếch tán tecbi qua ranh giới hạt. Tiếp theo, khối nam châm Nd phải chịu việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ thấp bao gồm việc làm nóng ở nhiệt độ khoảng 450°C trong thời gian khoảng 2 giờ và làm nguội xuống đến 200°C với tốc độ làm nguội khoảng 20°C/phút, thu được nam châm thiêu kết Nd. Mẫu hình bình hành có kích thước 6mm x 6mm x 2mm được cắt ra khỏi phần tâm của nam châm thiêu kết Nd và được đo H_{CJ} bằng chất đánh dấu xung, với các kết quả được thể hiện trong bảng 3. Lưu ý rằng, trong bảng 3, dấu “○” biểu thị rằng yêu cầu của sáng chế được đáp ứng và dấu “×” biểu thị rằng yêu cầu của sáng chế không được đáp ứng.

Ví dụ so sánh 1

Hợp kim ban đầu dạng vảy được tạo ra nhờ quy trình tương tự như theo ví dụ 1. Hợp kim phải chịu nghiền nhỏ bằng hydro trong môi trường hydro có áp suất và sau đó được xử lý nhiệt ở nhiệt độ khoảng 400°C trong thời gian khoảng 4 giờ để xử lý khử hydro. Sau khi thu được bột nghiền thô, quá trình nghiền thành bột mịn, tạo hình dạng, thiêu kết và xử lý khuếch tán được thực hiện bởi các quy trình tương tự như theo ví dụ 1. Việc phân tích được thực hiện đối với kích thước hạt nghiền, kích thước hạt tinh thể, mức độ định hướng, thành phần, Br và H_{CJ} trước khi xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt, và H_{CJ} sau khi xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt như theo ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong các bảng từ 1 đến 3.

Các ví dụ so sánh 2 và 3

Nam châm được tạo ra nhờ quy trình tương tự như theo ví dụ 1 ngoại trừ lượng chất bôi trơn (axit stearic) được bổ sung và kích thước hạt nghiền được thay đổi như được thể hiện trong bảng 1. Việc phân tích được thực hiện đối với kích thước hạt nghiền, kích thước hạt tinh thể, mức độ định hướng, thành phần, Br và H_{CJ} trước khi xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt, và H_{CJ} sau khi xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt như theo ví dụ 1, với các kết quả được thể hiện trong các bảng từ 1 đến 3.

Bảng 1

	Lượng axit stearic được bổ sung (% khối lượng)	Kích thước hạt nghiền (μm)	Kích thước hạt tinh thể (μm)	Mức độ định hướng (%)
Ví dụ 1	0,20	3,0	3,6	98,6
Ví dụ 2	0,20	2,5	3,1	98,5
Ví dụ 3	0,20	2,0	2,8	98,4
Ví dụ so sánh 1	0,20	3,0	3,6	98,7
Ví dụ so sánh 2	0,07	3,0	3,7	96,5
Ví dụ so sánh 3	0,20	3,5	4,5	98,6

Bảng 2

	Nd	Pr	Fe	Co	Cu	Al	Zr	Si	Ga	B	O	N	C
Ví dụ 1	24,1	6,5	66,3	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,8	1	0,08	0,02	0,05
Ví dụ 2	24,2	6,5	66,2	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,8	1	0,08	0,03	0,05
Ví dụ 3	24,3	6,5	66,1	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,8	1	0,08	0,03	0,05
Ví dụ so sánh 1	24,1	6,5	66,3	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,8	1	0,15	0,06	0,13
Ví dụ so sánh 2	24,3	6,6	66,1	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,8	1	0,06	0,04	0,03
Ví dụ so sánh 3	24,3	6,6	66,1	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,8	1	0,06	0,03	0,04

(% khối lượng)

Bảng 3

	O hàm lượng	N hàm lượng	C hàm lượng	Kích thước hạt tinh thể	Mức độ định hướng	Br (kG)	H _{CJ} (kOe)	H _{CJ} sau khi khuếch tán qua ranh giới hạt (kOe)
Ví dụ 1	○	○	○	○	○	14,1	15,5	28,0
Ví dụ 2	○	○	○	○	○	13,9	16,3	28,3
Ví dụ 3	○	○	○	○	○	13,8	16,8	28,7
Ví dụ so sánh 1	×	×	×	○	○	14,1	11,8	15,7
Ví dụ so sánh 2	○	○	○	○	×	13,6	15,7	28,2
Ví dụ so sánh 3	○	○	○	×	○	14,1	13,8	25,8

Như thấy được từ bảng 3, các nam châm theo các ví dụ từ 1 đến 3 đáp ứng các hàm lượng của oxy, nitơ và cacbon và các điều kiện của mối quan hệ (1) hiển thị các trị số cao của Br và H_{cJ} , và H_{cJ} sau khi khuếch tán qua ranh giới hạt. Trái lại, nam châm theo ví dụ so sánh 1 có các hàm lượng cao hơn của oxy, nitơ và cacbon hiển thị trị số thấp của H_{cJ} sau khi thiêu kết, và hiệu quả gia tăng H_{cJ} bằng cách xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt là nhỏ, không thu được độ kháng từ H_{cJ} thỏa mãn. Nam châm theo ví dụ so sánh 2, mà trong đó mối quan hệ (1) không được đáp ứng và lượng chất bôi trơn được bổ sung là nhỏ, hiển thị không đủ định hướng và không thu được Br thỏa mãn. Nam châm theo ví dụ so sánh 3 có kích thước hạt tinh thể lớn hơn và hiển thị trị số thấp của H_{cJ} trước khi xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt, biểu thị trị số thấp hơn của H_{cJ} so với các ví dụ từ 1 đến 3 mặc dù hiệu quả gia tăng đáng kể H_{cJ} bằng cách xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt.

Đã chứng minh được rằng, các nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo các ví dụ từ 1 đến 3 trong phạm vi bảo hộ của sáng chế cho thấy các trị số của H_{cJ} sau khi khuếch tán qua ranh giới hạt vượt quá 27kOe, và hoàn toàn hữu ích trong ứng dụng cần sức chịu nhiệt cao, thường là các xe chạy điện. Ngoài ra, thu được các trị số của Br vượt quá 13,7kG, cho thấy có thể sự giảm kích thước của các động cơ hoặc các thiết bị tương tự.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm bao gồm R, T, X, và M^1 trong đó R là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, về cơ bản bao gồm Nd, T là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố nhóm sắt, về cơ bản bao gồm Fe, X là một hoặc hai nguyên tố được chọn từ B và C, về cơ bản bao gồm B, M^1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Al, Si, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Ge, Mo, Sn, W, Pb, và Bi, nam châm chứa đến 0,1% khối lượng O, đến 0,05% khối lượng N, và đến 0,07% khối lượng C, và có kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4,0\mu\text{m}$ và mức độ định hướng đáp ứng mỗi quan hệ (1):

$$0,26 \times D + 97 \leq Or \leq 0,26 \times D + 99 \quad (1)$$

trong đó Or là mức độ định hướng (%) và D là kích thước hạt tinh thể trung bình (μm).

2. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm 1, trong đó nam châm này chứa nguyên tố R được đưa vào nam châm sau khi thiêu kết bằng khuếch tán qua ranh giới hạt, như một phần của R.

3. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm 2, trong đó nguyên tố R được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Dy, Tb, và Ho.

4. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó nam châm này đáp ứng mỗi quan hệ (2):

$$[T]/14 \leq [X] \leq [R]/2 \quad (2)$$

trong đó [R], [T], và [X] lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, và X.

5. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó nam châm này còn bao gồm M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta, trong đó nam châm đáp ứng mỗi quan hệ (3):

$$([T]/14) + ([M^2] \times 2) \leq [X] \leq ([R]/2) + ([M^2] \times 2) \quad (3)$$

trong đó [R], [T], [X], và $[M^2]$ lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, X, và M^2 .

6. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm 5, trong đó hàm lượng M^2 lên đến 0,5% nguyên tử.

7. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó hàm lượng R nằm trong khoảng từ 12,5 đến 16,0% nguyên tử và hàm lượng M^1 nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0% nguyên tử.