



(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)



1-0048465

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

(13) B

(21) 1-2022-04208

(22) 07/12/2020

(86) PCT/JP2020/045456 07/12/2020

(87) WO2021/117672 17/06/2021

(30) 2019-225356 13/12/2019 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/09/2022 414A

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

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

(72) KUME Tetsuya (JP); OHASHI Tetsuya (JP); HIROTA Koichi (JP).

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

(54) NAM CHÂM THIÊU KẾT BẰNG ĐẤT HIỂM

(21) 1-2022-04208

(57) Sáng chế đề cập đến nam châm thiêu kết bằng đất hiếm chứa R (R biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố đất hiếm về cơ bản bao gồm Nd), T (T biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố nhóm sắt về cơ bản bao gồm Fe), B, M^1 (M^1 biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ trong số Al, Si, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Ge, Mo, Sn, W, Pb và Bi) và M^2 (M^2 biểu thị một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ trong số Ti, V, Zr, Nb, Hf và Ta), trong khi bao gồm pha $R_2T_{14}B$ là pha chính. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm này, khác biệt ở chỗ: M^1 có lượng từ 0,5% nguyên tử đến 2% nguyên tử; nếu (R), (T), (M^2) và (B) là phần trăm nguyên tử tương ứng của R, T, M^2 và B nêu trên, biểu thức quan hệ (1) $((T)/14) + (M^2) \leq (B) \leq ((R)/2) + ((M^2)/2)$ được thỏa mãn; và từ 0,1% thể tích đến 10% thể tích của tất cả các pha ranh giới hạt trong nam châm bao gồm cả pha $R_6T_{13}M^1$. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm này có thể đạt được các đặc tính từ tuyệt vời bao gồm cả sự cân bằng tốt giữa 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.

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.

Mặc dù thực tế phổ biến trong các giải pháp kỹ thuật đã biết là bổ sung các nguyên tố đất hiếm nặng như Dy và Tb để gia tăng H_{cJ} của các nam châm Nd, cách tiếp cận này không phải luôn được coi là thích hợp vì các nguyên tố đất hiếm nặng 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.

Phương tiện đã biết khác để gia tăng H_{cJ} của các nam châm Nd là giảm kích thước của các hạt tinh thể. Phương tiện này chủ yếu dùng để làm 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 đạt được mức tăng của H_{cJ} bằng 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 tài liệu sáng chế 2, 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. Điều đó cho phép đạt được hiệu quả gia tăng H_{cJ} cao trong khi vẫn hạn chế sự sụt giảm Br.

Phương pháp gia tăng H_{cJ} mà không dùng các nguyên tố đất hiếm nặng như Dy và Tb đã đề xuất gần đây. Các tài liệu sáng chế 3 và 4 bộc lộ việc kiểm soát cấu trúc ranh giới hạt trong nam châm bằng cách dùng pha $R_6Fe_{13}M$ trong đó M là nguyên tố như Si hoặc Ga. Phương pháp này dự định gia tăng H_{cJ} bằng cách đưa nguyên tố M như Si hoặc Ga vào nam châm thành phần, đưa nguyên tố X, là B và C vào với lượng dưới hệ số tỷ lệ của pha chính, pha $R_2Fe_{14}X$, và làm cho pha $R_6Fe_{13}M$ kết tủa ở pha ranh giới hạt trong nam châm để liên tục bao phủ pha chính.

Tài liệu sáng chế 1: WO 2014/142137

Tài liệu sáng chế 2: WO 2006/044348

Tài liệu sáng chế 3: JP-A 2018-56188

Tài liệu sáng chế 4: WO 2013/191276

Tuy nhiên, phương pháp thay đổi khí phun để nghiên thành bột mịn thành khí trơ như He hoặc Ar, mà đã đề xuất trong tài liệu sáng chế 1, rất khó để thực hiện sản xuất công nghiệp khi tính đến mức chênh lệch chi phí so với khí nitơ. Ngoài ra, mặc dù tài liệu sáng chế 3 đề xuất phương pháp đưa nam châm loại kết tủa pha $R_6Fe_{13}M$ vào xử lý khuếch tán qua ranh giới hạt để đạt được H_{cJ} cao trong khi ngăn chặn lượng nguyên tố đất hiếm nặng được dùng, có vấn đề là do lượng X trong nam châm rơi xuống dưới hệ số tỷ lệ và ngắn, lượng pha $R_2Fe_{14}X$, là pha chính của nam châm Nd được tạo ra trong nam châm bị giảm dẫn đến sự sụt giảm Br, như đã chỉ ra trong tài liệu sáng chế 4. Điều đó biểu thị mối tương quan cân bằng giữa Br cao và H_{cJ} cao. Đồng thời, rất khó đạt được cả Br cao và H_{cJ} 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 gốc Nd có cả Br cao và H_{cJ} cao theo cách có hiệu quả.

Thực hiện các nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích nêu trên với sự tập trung vào thành phần của nam châm thiêu kết gốc Nd, đặc biệt là sự ảnh hưởng của lượng B và nguyên tố M (ví dụ, Si hoặc Ga) đến sự kết tủa của pha $R_6T_{13}M$ và mối tương quan của chúng với các tính chất từ, trong đó T là nguyên tố nhóm sắt, về cơ bản bao gồm Fe, và M là nguyên tố như Si hoặc Ga, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng khi các lượng của các nguyên tố này được điều chỉnh theo các khoảng thích hợp, Br cao đạt được bằng cách tạo ra đủ lượng pha $R_2Fe_{14}X$, và đồng thời, H_{cJ} cao đạt được bằng cách làm cho pha đậm đặc đất hiếm nặng do khuếch tán qua ranh giới hạt và lượng pha $R_6T_{13}M$ tối thiểu cần thiết để kết tủa ở phần ranh giới hạt trong nam châm cấu trúc. 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, B, M^1 , và M^2 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, 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 M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta, nam châm có pha chính dưới dạng pha $R_2T_{14}B$, có chứa từ 0,5 đến 2,0% M^1 , và đáp ứng mỗi quan hệ (1):

$$([T]/14) + [M^2] \leq [B] \leq ([R]/2) + ([M^2]/2) \quad (1)$$

trong đó $[R]$, $[T]$, $[M^2]$, và $[B]$ lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, M^2 , và B, và pha $R_6T_{13}M^1$ chiếm trong khoảng từ 0,1 đến 10% thể tích của tổng các pha ranh giới hạt trong nam châm.

[2]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục [1] trong đó hàm lượng R nằm trong khoảng từ 12,5 đến 16,0%, hàm lượng B nằm trong khoảng từ 5,5 đến 8,0%, hàm lượng M^1 nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,0%, và hàm lượng M^2 lên đến 0,5%.

[3]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục [1] hoặc [2], chứa đến 0,1% khối lượng O, đến 0,05% khối lượng N, và đến 0,07% khối lượng C.

[4]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], có kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4\mu\text{m}$.

[5]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó cách bề mặt của nam châm ít nhất khoảng $500\mu\text{m}$, ít nhất một phần gần với bề mặt của hạt pha chính bao gồm vùng có nồng độ của R^1 cao hơn so với tâm của hạt pha chính, trong đó R^1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, tạo thành ít nhất một phần của R.

[6]

Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], trong đó R^1 đã được đưa vào nam châm sau khi thiêu kết bằng khuếch tán qua ranh giới hạt.

Các hiệu quả có lợi của sáng chế

Lúc này, thành phần nguyên tố, đặc biệt là hàm lượng nguyên tố 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 được điều chỉnh, và mối tương quan trong số các hàm lượng của nguyên tố R là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, về cơ bản bao gồm Nd, nguyên tố T là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố nhóm sắt, về cơ bản bao gồm Fe, nguyên tố 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, nguyên tố M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta, và B được điều chỉnh đến khoảng tối ưu cụ thể, 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

Sáng chế đề xuất nam châm thiêu kết bằng đất hiếm bao gồm R, T, B, M^1 , và M^2 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, 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 M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta.

R là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, về cơ bản bao gồm neodym (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). Hàm lượng T là sự cân bằng của R, M^1 ,

M^2 , và B, 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.

Mặc dù không bị giới hạn cụ thể, tốt hơn là, hàm lượng B ít nhất khoảng 5,5%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 5,8%, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 6,0%, từ khía cạnh hoàn toàn tạo ra pha chính để thu được Br. Xét sự ảnh hưởng đến sự kết tủa Br trong pha $Nd_1Fe_4X_4$ (trong đó X là B, hoặc B và C) trong trường hợp các hàm lượng B quá cao, tốt hơn là, hàm lượng B lên đến 8,0%, tốt hơn nữa là đến 7,0%, thậm chí tốt hơn nữa là đến 6,5%.

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, mà tạo ra pha $R_6T_{13}M^1$. Tốt hơn là, hàm lượng M^1 ít nhất khoảng 0,5%, tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 0,8%, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất khoảng 1,0%, 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%, thậm chí tốt hơn nữa là đến 1,4%, từ khía cạnh tạo ra Br cao. Nếu hàm lượng M^1 ít hơn 0,5%, rất khi tạo ra đủ lượng pha $R_6T_{13}M^1$, không thu được H_{cJ} thỏa mãn. Nếu hàm lượng M^1 vượt quá 2,0%, lượng pha chính hoặc pha $R_2T_{14}B$ được tạo ra bị giảm, với sự giảm Br.

Trong nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo sáng chế, pha $R_6T_{13}M^1$ được tạo ra dưới dạng pha ranh giới hạt. Pha $R_6T_{13}M^1$ chiếm trong khoảng từ 0,1 đến 10% thể tích, tốt hơn là từ 1,0 đến 8,0% thể tích của tổng các pha ranh giới hạt trong nam châm. Nếu tỷ lệ hoặc mức chiếm chỗ của pha $R_6T_{13}M^1$ ít hơn 0,1% thể tích của tổng các pha ranh giới hạt, trị số thỏa mãn của H_{cJ} không sẵn có. Nếu tỷ lệ vượt quá 10% thể tích, lượng pha chính hoặc pha $R_2T_{14}B$ được tạo ra bị giảm, với sự giảm Br. Trong cả hai trường hợp, đôi khi không đạt được mục đích của sáng chế.

Ví dụ, tỷ lệ thể tích của pha $R_6T_{13}M^1$ trong các pha ranh giới hạt có thể được xác định bằng quy trình sau. Trước hết, cấu trúc của nam châm thiêu kết được quan sát bằng máy phân tích vi mô đầu dò điện tử (EPMA - electron probe micro analyzer). Từ ảnh thành phần điện tử phản xạ và các kết quả phân tích bán định lượng, pha $R_6T_{13}M^1$ được xác định và tỷ lệ diện tích của pha $R_6T_{13}M^1$ trong tổng các

pha ranh giới hạt của nam châm được đo bằng phân tích ảnh. Phép đo này được thực hiện ở vị trí khác nhau của nam châm thiêu kết, và trị số trung bình của nó được xác định là tỷ lệ thể tích. Ví dụ, số lượng phép đo vào khoảng 1,000 hạt trong các ảnh có 10 vị trí khác nhau, được tính trung bình.

M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ Ti, V, Zr, Nb, Hf, và Ta, như đã nêu trên. M^2 được bao gồm từ khía cạnh ngăn chặn các hạt tinh thể phát triển bất thường trong bước thiêu kết. Mặc dù không bị giới hạn cụ thể, 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%, từ khía cạnh ngăn chặn pha M^2 -B được tạo ra bởi nguyên tố M^2 dẫn đến sự sụt giảm Br do việc giảm tỷ lệ của pha $R_2T_{14}B$.

Trong nam châm theo sáng chế, các hàm lượng của R, T, M^2 , và B được điều chỉnh để đáp ứng mối quan hệ (1):

$$([T]/14) + [M^2] \leq [B] \leq ([R]/2) + ([M^2]/2) \quad (1)$$

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

Với điều kiện là mối quan hệ nêu trên được đáp ứng, thu được Br cao và H_{cj} cao. Mặc dù không được hiểu rõ, lý do được phỏng đoán như sau. Mối quan hệ (1) biểu thị rằng hàm lượng B trên hệ số tỷ lệ. Đã biết rằng nguyên tố M^2 như Ti, Zr hoặc Nb thường tạo ra pha M^2 -B₂ với B. Kết quả của quá trình nghiên cứu sâu rộng, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng tùy thuộc vào vi cấu trúc của nam châm thiêu kết bằng đất hiếm, nguyên tố M^2 cũng tạo ra pha M^2 -B, mà không ổn định trong nam châm. Khi tính đến điều này, B được bổ sung với lượng cần thiết để tạo ra pha với nguyên tố M^2 , mà từ đó mối quan hệ (1) được hình thành. Tức là, nếu hàm lượng B ít hơn $([T]/14) + [M^2]$, pha $R_2T_{14}B$, là pha chính, được tạo ra không đủ, dẫn đến Br thấp. Nếu hàm lượng B nhiều hơn $([R]/2) + ([M^2]/2)$, pha $R_1T_4B_4$ được tạo ra quá mức, dẫn đến Br thấp. Trong cả hai trường hợp, rất khó đạt được mục đích của sáng chế.

Ngoài các nguyên tố cấu thành, nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo sáng chế có thể chứa O, N và C. Tốt hơn là, hàm lượng O lên đến 0,1% khối lượng, tốt

hơn nữa là đến 0,08% khối lượng. Tốt hơn là, hàm lượng N lên đến 0,05% khối lượng, tốt hơn nữa là đến 0,03% khối lượng. Tốt hơn là, hàm lượng C lên đến 0,07% khối lượng, tốt hơn nữa là đến 0,05% khối lượng. Nếu hàm lượng C vượt quá 0,07% khối lượng, đôi khi H_{CJ} sẽ giảm. Với điều kiện là các hàm lượng của O, N và C nằm trong các khoảng nêu trên, chắc chắn thu được các tính chất từ thỏa mãn, đặc biệt là H_{CJ} thỏa mãn. 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.

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 như các tạp chất, là ngẫu nhiên từ khía cạnh sản xuất. 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.

Tốt hơn là, nam châm thiêu kết bằng đất hiếm nên có kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4\mu m$, tốt hơn nữa là đến $3,5\mu m$, mặc dù kích thước hạt không tới hạn. Bằng cách điều chỉnh kích thước hạt tinh thể trung bình trong khoảng này, chắc chắn thu được các tính chất từ thỏa mãn, đặc biệt là H_{CJ} thỏa mãn. 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 trong các ảnh có 20 đốm khác nhau.

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 của nam châm Nd 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 1200°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 có thể 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 chót, 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 thiêu 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 thiêu 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 thiêu 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 thiêu 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.

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^2 , florua của R^3 , oxyflorua của R^4 , hydroxit của R^5 , cacbonat của R^6 , cacbonat cơ bản của R^7 , một kim loại hoặc các hợp kim của R^8 trong đó mỗi chất từ R^2 đến R^8 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^2 đến R^8 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^2 đến R^8 để thuận tiện cho việc mô tả, nguyên tố bất kỳ trong số từ R^2 đến R^8 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^2 đến R^8 là kim loại, hợp chất hoặc hợp chất liên kim loại có chứa 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} .

Sáng chế chỉ yêu cầu là nam châm thiêu kết bằng đất hiếm đáp ứng thành phần nguyên tố và mối quan hệ (1). Mặc dù không cần thiết là nam châm chứa R^1 được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt dưới dạng nguyên tố R, tốt hơn là, từ khía cạnh thu được H_{CJ} cao hơn, nam châm cũng chứa R^1 được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt. Lưu ý là, R^1 biểu thị chung cho các nguyên tố từ R^2 đến R^8 được đưa vào bằng khuếch tán qua ranh giới hạt. Nam châm phải chịu khuếch tán qua ranh giới hạt có sự phân bố đặc trưng của nồng độ R. Tức là, cách bề mặt của nam châm ít nhất khoảng $500\mu\text{m}$ có nguồn khuếch tán lắng đọng trên đó, có tạo ra cấu trúc mà ít nhất một phần gần với bề mặt của hạt pha chính bao gồm vùng có nồng độ của R^1 cao hơn so với tâm của hạt pha chính.

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 1, 2 và các ví dụ so sánh 1, 2

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 Zr, 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, 0,20% khối 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} nằm trong khoảng từ 2,8 đến $3,0\mu\text{m}$. 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.

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 1. Lưu ý rằng, dữ liệu trong bảng 1 là theo %. Ngoài ra, khối nam châm Nd được quan sát dưới kính hiển vi laze để xác định kích thước hạt tinh thể trung bình, với các kết quả được thể hiện trong bảng 2. 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 2.

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 0,5μm 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 2. Cấu trúc của nam châm mẫu được quan sát bằng EPMA. Từ ảnh thành phần điện tử phản xạ và các kết quả phân tích bán định lượng, pha $R_6T_{13}M^I$ được xác định và tỷ lệ của pha $R_6T_{13}M^I$ trong tổng các pha ranh giới hạt của nam châm được đo bằng việc phân tích ảnh. Các kết quả được thể hiện trong bảng 2. Lưu ý rằng, trong bảng 2, 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.

Bảng 1

	Nd	Pr	Fe	Co	Cu	Zr	Al	B	Si	Ga	O	N	C
Ví dụ so sánh 1	11,38	3,15	76,96	0,50	0,63	0,14	0,20	5,51	0,12	0,73	0,32	0,08	0,24
Ví dụ so sánh 2	11,38	3,16	76,91	0,49	0,62	0,14	0,20	5,62	0,12	0,73	0,28	0,09	0,27
Ví dụ 1	11,37	3,14	76,86	0,49	0,62	0,14	0,17	5,75	0,12	0,72	0,28	0,09	0,27
Ví dụ 2	11,36	3,15	76,71	0,49	0,62	0,14	0,20	5,84	0,12	0,73	0,29	0,09	0,25

(theo %)

Bảng 2

	Kích thước hạt tinh thể trung bình (μm)	Tỷ lệ của pha $R_6T_{13}M^I$ trong các pha ranh giới hạt (% thể tích)	Mối quan hệ (1)	Hàm lượng M^I	Br (kG)	H_{cJ} trước khi khuếch tán ranh giới hạt (kOe)	H_{cJ} sau khi khuếch tán ranh giới hạt (kOe)
Ví dụ so sánh 1	3,6	18	×	○	13,31	19,6	28,3
Ví dụ so sánh 2	3,5	12	×	○	13,54	18,8	28,6
Ví dụ 1	3,6	7	○	○	13,81	17,5	28,4
Ví dụ 2	3,6	3	○	○	13,92	15,6	28,8

Các ví dụ từ 3 đến 5 và các ví dụ so sánh 3, 4

Nam châm được tạo ra nhờ quy trình tương tự như theo ví dụ 1. So với ví dụ 1, các lượng của Nd và Pr được giảm, và lượng Fe được tăng như được thể hiện trong bảng 3. Lượng B được thay đổi như được thể hiện trong bảng 3. Các nam châm thu được như vậy được đo kích thước hạt tinh thể trung bình, tỷ lệ (hoặc mức chiếm chỗ) của pha $R_6T_{13}M^I$, hàm lượng M^I , Br, và H_{cJ} như theo ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong bảng 4. Lưu ý rằng, trong bảng 4, 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.

Bảng 3

	Nd	Pr	Fe	Co	Cu	Zr	Al	B	Si	Ga	O	N	C
Ví dụ so sánh 3	10,97	3,08	77,70	0,53	0,20	0,14	0,24	5,56	0,12	0,71	0,39	0,13	0,24
Ví dụ so sánh 4	10,71	3,11	77,95	0,50	0,19	0,15	0,24	5,68	0,14	0,72	0,32	0,10	0,21
Ví dụ 3	10,83	3,16	77,68	0,50	0,20	0,14	0,27	5,81	0,12	0,72	0,29	0,09	0,26
Ví dụ 4	10,87	3,10	77,72	0,50	0,20	0,15	0,17	5,90	0,12	0,72	0,32	0,09	0,25
Ví dụ 5	10,92	3,11	77,35	0,50	0,19	0,14	0,24	6,04	0,12	0,73	0,32	0,14	0,26

(theo %)

Bảng 4

	Kích thước hạt tinh thể trung bình (μm)	Tỷ lệ của pha $R_6T_{13}M^I$ trong các pha ranh giới hạt (% thể tích)	Mối quan hệ (1)	Hàm lượng M^I	Br (kG)	H_{cJ} trước khi khuếch tán ranh giới hạt (kOe)	H_{cJ} sau khi khuếch tán ranh giới hạt (kOe)
Ví dụ so sánh 3	3,5	16	×	○	13,70	18,0	26,2
Ví dụ so sánh 4	3,6	11	×	○	13,84	18,0	27,2
Ví dụ 3	3,6	6	○	○	14,11	17,0	28,0
Ví dụ 4	3,5	4	○	○	14,19	16,0	28,5
Ví dụ 5	3,6	3	○	○	14,12	15,8	28,3

So sánh các ví dụ từ 1 đến 5 với các ví dụ so sánh từ 1 đến 4 cho thấy rằng khi không chỉ hàm lượng cụ thể của M^1 được đáp ứng, mà mỗi quan hệ (1) cũng được đáp ứng (các ví dụ từ 1 đến 5), thu được các trị số cao của Br và H_{CJ} . Việc bao gồm B vượt quá hệ số tỷ lệ làm cho lượng pha $R_6T_{13}M^1$ được tạo ra ở mức tối thiểu cần thiết để, nhờ vậy ngăn chặn sự giảm Br và đạt được các trị số cao của H_{CJ} theo cách nhất quán. Trái lại, khi mỗi quan hệ (1) không được đáp ứng và B nằm dưới hệ số tỷ lệ (các ví dụ so sánh từ 1 đến 4), mà đạt được các trị số cao của H_{CJ} do việc tạo ra pha $R_6T_{13}M^1$, nhưng sự sụt giảm đáng kể Br xảy ra do lượng giảm của pha chính, pha $R_2T_{14}B$.

Các ví dụ từ 6 đến 9 và các ví dụ so sánh 5, 6

Nam châm được tạo ra nhờ quy trình tương tự như theo ví dụ 1. So với ví dụ 1, các lượng của Nd và Pr được giảm, và lượng Fe được tăng như được thể hiện trong bảng 5. Các nam châm thu được như vậy được đo kích thước hạt tinh thể trung bình, tỷ lệ của pha $R_6T_{13}M^1$, hàm lượng M^1 , Br, và H_{CJ} như theo ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong bảng 6. Lưu ý rằng, trong bảng 6, 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.

Bảng 5

	Nd	Pr	Fe	Co	Cu	Zr	Al	B	Si	Ga	O	N	C
Ví dụ so sánh 5	11,03	2,93	78,31	0,49	0,18	0,14	0,24	5,91	0,02	0,00	0,35	0,08	0,31
Ví dụ 6	10,92	3,01	77,98	0,65	0,19	0,15	0,22	5,85	0,05	0,28	0,33	0,11	0,27
Ví dụ 7	10,91	3,03	77,92	0,54	0,18	0,14	0,22	5,85	0,02	0,46	0,34	0,11	0,27
Ví dụ 8	11,07	3,00	77,60	0,51	0,19	0,14	0,22	5,81	0,05	0,75	0,31	0,11	0,26
Ví dụ 9	11,17	3,04	77,08	0,52	0,19	0,14	0,22	5,82	0,05	1,13	0,30	0,11	0,23
Ví dụ so sánh 6	11,02	3,03	76,51	0,50	0,19	0,15	0,22	5,83	0,02	1,70	0,30	0,11	0,22

(theo %)

Bảng 6

	Kích thước hạt tinh thể trung bình (μm)	Tỷ lệ của pha $\text{R}_6\text{T}_{13}\text{M}^1$ trong các pha ranh giới hạt (% thể tích)	Mối quan hệ (1)	Hàm lượng M^1	Br (kG)	H_{cJ} trước khi khuếch tán ranh giới hạt (kOe)	H_{cJ} sau khi khuếch tán ranh giới hạt (kOe)
Ví dụ so sánh 5	3,5	0	○	×	14,32	14,8	24,7
Ví dụ 6	3,6	2	○	○	14,27	16,4	27,1
Ví dụ 7	3,6	3	○	○	14,23	16,4	27,3
Ví dụ 8	3,6	5	○	○	14,12	16,0	27,7
Ví dụ 9	3,5	9	○	○	14,02	16,2	28,4
Ví dụ so sánh 6	3,5	14	○	×	13,72	16,3	28,5

So sánh các ví dụ từ 6 đến 9 với các ví dụ so sánh 5, 6 cho thấy rằng khi lượng nguyên tố M^1 là nhỏ (ví dụ so sánh 5), pha $R_6T_{13}M^1$ không được tạo ra, không thu được H_{cJ} cao. Khi lượng nguyên tố M^1 là lớn (ví dụ so sánh 6), lượng lớn hơn của pha $R_6T_{13}M^1$ được tạo ra, và lượng pha chính được giảm, với sự sụt giảm đáng kể Br. Khi cả hai yêu cầu của mối quan hệ (1) và hàm lượng M^1 được đáp ứng, thu được Br cao và H_{cJ} cao như thấy được từ các ví dụ từ 6 đến 9.

Đã chứng minh được rằng, các nam châm theo các ví dụ từ 1 đến 9 đáp ứng các yêu cầu theo 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, B, M^1 , và M^2 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, 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 M^2 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ V, Zr, Nb, Hf, và Ta, nam châm có pha chính dưới dạng pha $R_2T_{14}B$, có chứa từ 0,5 đến 2,0% nguyên tử M^1 , và đáp ứng mỗi quan hệ (1):

$$([T]/14) + [M^2] \leq [B] \leq ([R]/2) + ([M^2]/2) \quad (1)$$

trong đó [R], [T], $[M^2]$, và [B] lần lượt biểu thị các phần trăm nguyên tử của R, T, M^2 , và B, và pha $R_6T_{13}M^1$ chiếm trong khoảng từ 0,1 đến 10% thể tích của tổng các pha ranh giới hạt trong nam châm.

2. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm 1, trong đó hàm lượng R nằm trong khoảng từ 12,5 đến 16,0% nguyên tử, hàm lượng B nằm trong khoảng từ 5,5 đến 8,0% nguyên tử, hàm lượng M^1 nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,0% nguyên tử, và hàm lượng M^2 lên đến 0,5% nguyên tử.

3. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó nam châm này chứa đến 0,1% khối lượng O, đến 0,05% khối lượng N, và đến 0,07% khối lượng C.

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 có kích thước hạt tinh thể trung bình đến $4\mu m$.

5. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó cách bề mặt của nam châm ít nhất khoảng $500\mu m$, ít nhất một phần gần với bề mặt của hạt pha chính bao gồm vùng có nồng độ của R^1 cao hơn so với tâm của

hạt pha chính, trong đó R^1 là ít nhất một nguyên tố được chọn từ các nguyên tố đất hiếm, tạo thành ít nhất một phần của R.

6. Nam châm thiêu kết bằng đất hiếm theo điểm 5, trong đó R^1 đã được đưa vào nam châm sau khi thiêu kết bằng khuếch tán qua ranh giới hạt.