



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104036947 A

(43) 申请公布日 2014. 09. 10

(21) 申请号 201410258657. 8

(22) 申请日 2014. 06. 11

(71) 申请人 北京工业大学

地址 100124 北京市朝阳区平乐园 100 号

(72) 发明人 岳明 刘卫强 季维骁 李超

张东涛

(74) 专利代理机构 北京思海天达知识产权代理

有限公司 11203

代理人 张慧

(51) Int. Cl.

H01F 41/02(2006. 01)

H01F 1/057(2006. 01)

B22F 9/04(2006. 01)

B22F 3/16(2006. 01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

一种利用废旧永磁电机磁钢制备高矫顽力再生烧结钕铁硼磁体的方法

(57) 摘要

一种利用废旧永磁电机磁钢制备高矫顽力再生烧结钕铁硼磁体的方法,属于磁性材料技术领域。本发明采用稀土氢化镨纳米粉末掺杂技术再生废旧稀土永磁电机磁钢制备高矫顽力烧结NdFeB永磁。本发明步骤为:氢爆和气流磨工艺制备NdFeB粉末;物理气相沉积技术制备氢化镨纳米粉末;将两种粉末混合,磁场取向并压制成型;压坯在不同温度下进行脱氢处理,烧结及热处理,获得烧结磁体。采用本发明制备的再生磁体矫顽力可以超过原始磁钢水平,而剩磁和磁能积接近原始磁钢水平。本发明方法工艺流程短,成本能耗低,节约资源。

1. 一种利用废旧永磁电机磁钢制备高矫顽力再生烧结钕铁硼磁体的方法,其特征在于,包括以下步骤:

- (1) 将去除镀层的废旧稀土永磁电机磁钢进行清洗并制备成钕铁硼氢爆粉末;
- (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至单晶颗粒,得到 NdFeB 原料粉末;
- (3) 采用物理气相沉积技术制备氢化镧粉末,其粒径为 100-500 纳米;
- (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镧纳米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镧纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 2-4%,将两种粉末混合均匀。
- (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;
- (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1000-1050℃ 烧结 5-7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 800-900℃,保温 4-5 小时;第二级热处理温度 450-500℃,保温 4-5 小时;最终获得烧结磁体。

2. 按照权利要求 1 的方法,其特征在于,步骤 (1) 将去除镀层的废旧稀土永磁电机磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干;置于在真空管式炉中进行 150℃、0.1MPa 氢压下吸氢 3 小时,600℃、 1×10^{-3} Pa 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉末。

3. 按照权利要求 1 或 2 的方法制备得到的再生烧结钕铁硼磁体。

一种利用废旧永磁电机磁钢制备高矫顽力再生烧结钕铁硼磁体的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种以拆解废旧永磁电机磁体为主要原料,利用氢化镨纳米颗粒掺杂烧结的方法制备高矫顽力再生烧结钕铁硼磁体的新技术,本发明可实现废旧稀土永磁电机钕铁硼磁钢的高值化再利用,属于磁性材料技术领域。

背景技术

[0002] 近二十年来,随着我国经济的快速发展,稀土资源日趋减少、环境污染日趋严重等问题日益突出。我国稀土二次资源回收发展空间和潜力巨大,但针对稀土资源化回收再利用研究工作较少。其中针对产量大、附加值高的钕铁硼废料进行低值回收再利用成为当前的重中之重。据不完全统计,到 2010 年全国废旧钕铁硼回收量达到 4.5 万吨左右,但缺乏先进技术致再生钕铁硼价值大大降低,浪费宝贵的稀土资源;钕铁硼油泥分离造成了严重的环境污染、且稀土回收率低。

[0003] 废旧稀土永磁的回收再利用,不仅保护了我国宝贵的稀土战略资源,而且保护了环境。一方面避免了废旧稀土产品本身带来的污染;另一方面,减少稀土矿产资源消耗,大大减轻了稀土矿产的采、选、冶带来的严重环境负担。由此可见,废旧稀土永磁高值化回收再利用不仅利润空间很大,项目投资回报率高,具有很好的经济可行性,而且将大大降低稀土矿开采量,遏制过度开采和生态环境恶化,有效地保护了我国稀土资源和生态环境。

[0004] 稀土永磁电机是烧结钕铁硼永磁体的最大应用市场之一,大量的烧结钕铁硼磁钢已经服役十至二十年,由于工作温度和外界环境的影响,磁钢的性能出现不同程度的降低,因此对稀土永磁电机的钕铁硼磁钢的回收和高值化再利用工作已迫在眉睫。但是目前关于稀土永磁电机磁钢的回收再利用工作开展得较少。

[0005] 目前针对烧结钕铁硼边角料回收利用开发了多种方法:1. 从废旧磁体中提取稀土元素以及其他贵重金属,此种工艺存在回收率低和回收产品纯度低等问题。其主要原因在于回收废旧产品的溶解程度低、反应稀土的沉淀不完全以及稀土和非稀土元素以及多种稀土元素的分离程度差等问题;2. 重新熔炼、制粉、压型、烧结成钕铁硼磁体,此种工艺流程较长,耗时耗力;3. 将废旧磁体氢爆破碎后,与适量的成分相同的钕铁硼粉混合后,气流磨细化、压型、烧结成钕铁硼永磁体,此种工艺虽然可以达到回收的目的,但是混粉后制成的钕铁硼性能会降低,产品价格降低。

[0006] 一方面,上述方法在对烧结钕铁硼边角料的回收再利用仍没有达到较好的效果;另外一方面,由于工作时间和环境的影响,稀土永磁电机磁钢的回收再利用相对来说更加复杂。因此有必要针对稀土永磁电机磁体开发出有效的再生技术。

[0007] 直接采用氢爆破碎、球磨、取向压制成型、烧结技术制备的再生磁体,是一种短流程的再生工艺,但是这种工艺制备的磁体磁能积比原始的磁体磁能积下降了 15%,剩磁和矫顽力分别下降了 10%和 20%。在烧结钕铁硼废旧磁体的回收再利用过程中,稀土元素会发生流失,造成再生磁体磁性能特别是矫顽力的大幅度降低。针对上述问题,如何提高再生

磁体的性能成为了解决问题的关键。在废旧烧结钕铁硼磁体采用氢爆的方法破碎成磁粉后,通过掺杂稀土粉末可有效补充再生过程中稀土元素的流失。但是稀土粉末的数量和粒度对再生磁体的磁性能有着至关重要的影响。稀土粉末的数量越多,意味着生成更多的富钕相,进而可以得到更大的矫顽力;但同时磁体中非硬磁性相的增加,磁体的剩磁和最大磁能积降低,并不能得到有效的回复。制备高剩磁和高矫顽力的磁体的条件是富钕相体积分数尽可能的少,但是主相晶粒被薄的富钕相层完全分隔。因此降低稀土粉末颗粒的尺寸,使其在混粉过程中包覆在主相晶粒表面,在随后的烧结过程中实现对主相晶粒的有效磁隔绝。在达到对主相晶粒有效磁隔绝的前提条件下,如果稀土粉末颗粒的尺寸过大,则会造成磁体中富钕相体积分数过大,磁体剩磁和最大磁能积降低;如果稀土粉末颗粒的尺寸过小,则会出现团聚现象,同样会对磁体性能造成不利影响。因此研究稀土粉末颗粒尺寸和含量对再生磁体性能的影响是获得高性能再生磁体的基础。此外,由于掺杂稀土粉末颗粒尺寸的减小,再生磁体的烧结及热处理最佳温度也会随之降低,随之而带来的是磁体晶粒尺寸降低,进而磁体的矫顽力会相应提高。

发明内容

[0008] 本发明是针对上述技术现状而提出的一种氢化镧纳米粉末颗粒掺杂回收制备高矫顽力再生烧结钕铁硼磁体的方法,达到工序短、能耗低、高效回收的目的。

[0009] 本发明所针对的原料是废旧稀土永磁电机磁钢,其特征在于,包括以下步骤:

[0010] (1) 将去除镀层的废旧稀土永磁电机磁钢进行清洗并制备成钕铁硼氢爆粉末;

[0011] 将去除镀层的废旧稀土永磁电机磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干;置于在真空管式炉中进行 150°C、0.1MPa 氢压下吸氢 3 小时,600°C、 1×10^{-3} Pa 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉末。

[0012] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至单晶颗粒,得到 NdFeB 原料粉末;

[0013] (3) 采用物理气相沉积技术制备氢化镧粉末,其粒径为 100-500 纳米;

[0014] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镧纳米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镧纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 2-4%,将两种粉末混合均匀。

[0015] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0016] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1000-1050°C 烧结 5-7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 800-900°C,保温 4-5 小时;第二级热处理温度 450-500°C,保温 4-5 小时;最终获得烧结磁体。

[0017] 本方法的特点是:

[0018] 1. 本发明掺杂的氢化镧颗粒的平均粒径为 100-500 纳米。与小于 100 纳米的氢化镧颗粒掺杂相比,在混粉过程中氢化镧粉末颗粒的分布会更均匀,混粉效果会更好,最终在烧结过程中会使富钕相分布更加均匀,不仅有效的修复边界缺陷,而且会替代主相晶粒 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 边界的 Nd 形成具有更高各向异性场的 $\text{Dy}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$,从而大幅度提高再生磁体的矫顽力,甚至要大于原始磁体的矫顽力;但是 $\text{Dy}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的饱和磁化强度较低,因此过多的添加同样会造成磁体剩磁和磁能积的下降。与大于 500 纳米的氢化镧颗粒掺杂相比,由于本发明的氢化镧粒径小,在达到同样矫顽力的基础上所需氢化镧含量少,因此磁体的剩磁、磁能积可以同时得到很好的回复。

[0019] 2. 与传统烧结工艺相比,再生烧结磁体的烧结温度和热处理温度低,因此可以获得更高的矫顽力。

[0020] 3. 采用本发明制备的再生磁体的各项磁性能可以达到原始磁体水平,其中矫顽力可超过原始磁体水平,由此可以实现高值化再利用。

[0021] 4. 采用本发明方法工艺流程短,成本能耗低,节约资源。

具体实施方式

[0022] 以下结合各实施例对本发明做进一步说明。为了方便对比,原始电机磁钢的磁性性能也一并给出

[0023] 实施例 1

[0024] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $\text{Nd}_{22.5}\text{Dy}_{0.8}\text{Pr}_{7.1}\text{Fe}_{67.8}\text{Co}_{0.7}\text{Cu}_{0.1}\text{B}_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0025] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0026] (3) 采用物理气相沉积技术制备平均粒径为 100 纳米的氢化镧纳米粉末。

[0027] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镧金属纳米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镧纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 2%,将两种粉末混合均匀;

[0028] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0029] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1000℃ 烧结 7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 900℃,保温 5 小时;第二级热处理温度 450℃,保温 4 小时;最终获得烧结磁体。

[0030] 对比例 1-1

[0031] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $\text{Nd}_{22.5}\text{Dy}_{0.8}\text{Pr}_{7.1}\text{Fe}_{67.8}\text{Co}_{0.7}\text{Cu}_{0.1}\text{B}_1$ 。把去除镀层的废旧钕铁硼磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0032] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0033] (3) 采用物理气相沉积技术制备平均粒径为 10 纳米的氢化镧纳米粉末。

[0034] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镧金属纳米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镧纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 2%,将两种粉末混合均匀;

[0035] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0036] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1000℃ 烧结 7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 900℃,保温 5 小时;第二级热处理温度 450℃,保温 4 小时;最终获得烧结磁体。

[0037] 对比例 1-2

[0038] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $\text{Nd}_{22.5}\text{Dy}_{0.8}\text{Pr}_{7.1}\text{Fe}_{67.8}\text{Co}_{0.7}\text{Cu}_{0.1}\text{B}_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 脱氢 10 小时,得到钕铁硼

氢爆粉。

[0039] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0040] (3) 采用氢爆和球磨工艺制备平均粒径为 3 微米的氢化镨粉末。

[0041] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镨金属微米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中，氢化镨纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 4%，将两种粉末混合均匀；

[0042] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型；

[0043] (6) 将压坯置入真空烧结炉内，在 1080℃ 烧结 7 小时，然后进行二级热处理：其中第一级热处理温度 920℃，保温 5 小时；第二级热处理温度 550℃，保温 4 小时；最终获得烧结磁体。

[0044] 对比例 1-3

[0045] (1) 废旧稀土永磁电机磁体成分为 $\text{Nd}_{22.5}\text{Dy}_{0.8}\text{Pr}_{7.1}\text{Fe}_{67.8}\text{Co}_{0.7}\text{Cu}_{0.1}\text{B}_1$ 。把钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗，吹干。一方面把边角料放在真空管式炉中，进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时，600℃、 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 脱氢 10 小时，得到钕铁硼氢爆粉。

[0046] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0047] (3) 将钕铁硼粉末在 3T 磁场中取向并压制成型；

[0048] (4) 将压坯置入真空烧结炉内，在 1080℃ 烧结 7 小时，然后进行二级热处理：其中第一级热处理温度 920℃，保温 5 小时；第二级热处理温度 550℃，保温 4 小时；最终获得烧结磁体。

[0049] 表 1. 采用不同粒度氢化镨颗粒掺杂制备再生烧结磁体磁性能及密度对比

[0050]

	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MG0e)	密度 (g/cm^3)
原始磁体 1	13.8	16.8	45.1	7.52
实施例 1	13.6	20.0	44.8	7.53
对比例 1-1	13.0	17.8	40.2	7.49
对比例 1-2	12.6	17.2	38.4	7.46
对比例 1-3	12.4	13.2	37.2	7.35

[0051]

[0052] 实施例 2

[0053] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $\text{Nd}_{25.4}\text{Dy}_5\text{Fe}_{67.2}\text{Co}_{1.1}\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.1}\text{B}_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗，吹干。把废磁钢放在真空管式炉中，进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时，600℃、 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 脱氢 10 小时，得到钕铁硼氢爆粉。

[0054] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0055] (3) 采用物理气相沉积技术制备平均粒径为 500 纳米的氢化镨纳米粉末。

[0056] (4) 将步骤(3)所得的氢化镨金属纳米粉末加入到步骤(2)的NdFeB原料粉末中,氢化镨纳米粉末的添加比例为NdFeB原料粉末重量的4%,将两种粉末混合均匀;

[0057] (5) 将经过均匀混合后的粉末在3T磁场中取向并压制成型;

[0058] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在1050℃烧结5小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度800℃,保温4小时;第二级热处理温度500℃,保温5小时;最终获得烧结磁体。

[0059] 对比例2-1

[0060] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于5%硝酸酒精中10秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行150℃、0.1MPa氢压吸氢3小时,600℃、 1×10^{-3} Pa脱氢10小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0061] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至3微米。

[0062] (3) 采用物理气相沉积技术制备平均粒径为50纳米的氢化镨纳米粉末。

[0063] (4) 将步骤(3)所得的氢化镨金属纳米粉末加入到步骤(2)的NdFeB原料粉末中,氢化镨纳米粉末的添加比例为NdFeB原料粉末重量的4%,将两种粉末混合均匀;

[0064] (5) 将经过均匀混合后的粉末在3T磁场中取向并压制成型;

[0065] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在1050℃烧结5小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度800℃,保温4小时;第二级热处理温度500℃,保温5小时;最终获得烧结磁体。

[0066] 对比例2-2

[0067] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于5%硝酸酒精中10秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行150℃、0.1MPa氢压吸氢3小时,600℃、 1×10^{-3} Pa脱氢10小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0068] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至3微米。

[0069] (3) 采用氢爆和球磨工艺制备平均粒径为4微米的氢化镨粉末。

[0070] (4) 将步骤(3)所得的氢化镨金属微米粉末加入到步骤(2)的NdFeB原料粉末中,氢化镨纳米粉末的添加比例为NdFeB原料粉末重量的6%,将两种粉末混合均匀;

[0071] (5) 将经过均匀混合后的粉末在3T磁场中取向并压制成型;

[0072] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在1080℃烧结7小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度920℃,保温5小时;第二级热处理温度550℃,保温4小时;最终获得烧结磁体。

[0073] 对比例2-3

[0074] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于5%硝酸酒精中10秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行150℃、0.1MPa氢压吸氢3小时,600℃、 1×10^{-3} Pa脱氢10小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0075] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至3微米。

[0076] (3) 将钕铁硼粉末在3T磁场中取向并压制成型;

[0077] (4) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1080℃ 烧结 7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 920℃,保温 5 小时;第二级热处理温度 550℃,保温 4 小时;最终获得烧结磁体。

[0078] 表 2. 采用不同粒度氢化镨颗粒掺杂制备再生烧结磁体磁性能及密度对比

[0079]

	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MG0e)	密度 (g/cm ³)
原始磁体 2	13.0	20.8	40.8	7.55
实施例 2	12.7	29.2	39.6	7.54
对比例 2-1	11.9	22.5	35.8	7.47
对比例 2-2	11.5	22.2	33.7	7.41
对比例 2-3	11.4	15.6	32.6	7.36

[0080]

[0081] 实施例 3

[0082] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 1×10^{-3} Pa 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0083] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0084] (3) 采用物理气相沉积技术制备平均粒径为 300 纳米的氢化镨纳米粉末。

[0085] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镨金属纳米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镨纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 3%,将两种粉末混合均匀;

[0086] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0087] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1030℃ 烧结 6 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 850℃,保温 4.5 小时;第二级热处理温度 480℃,保温 4.5 小时;最终获得烧结磁体。

[0088] 对比例 3-1

[0089] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 1×10^{-3} Pa 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0090] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0091] (3) 采用物理气相沉积技术制备平均粒径为 30 纳米的氢化镨纳米粉末。

[0092] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镨金属纳米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镨纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 3%,将两种粉末混合均匀;

[0093] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0094] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1030℃ 烧结 6 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 850℃,保温 4.5 小时;第二级热处理温度 480℃,保温 4.5 小时;最终获得烧结磁体。

[0095] 对比例 3-2

[0096] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 1×10^{-3} Pa 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0097] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0098] (3) 采用氢爆和球磨工艺制备平均粒径为 4 微米的氢化镨粉末。

[0099] (4) 将步骤 (3) 所得的氢化镨金属微米粉末加入到步骤 (2) 的 NdFeB 原料粉末中,氢化镨纳米粉末的添加比例为 NdFeB 原料粉末重量的 6%,将两种粉末混合均匀;

[0100] (5) 将经过均匀混合后的粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0101] (6) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1080℃ 烧结 7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 920℃,保温 5 小时;第二级热处理温度 550℃,保温 4 小时;最终获得烧结磁体。

[0102] 对比例 3-3

[0103] (1) 废旧稀土永磁电机磁钢成分为 $Nd_{25.4}Dy_5Fe_{67.2}Co_{1.1}Cu_{0.2}Al_{0.1}B_1$ 。把去除镀层的钕铁硼废旧磁钢置于 5% 硝酸酒精中 10 秒后在酒精溶液中清洗,吹干。把废磁钢放在真空管式炉中,进行 150℃、0.1MPa 氢压吸氢 3 小时,600℃、 1×10^{-3} Pa 脱氢 10 小时,得到钕铁硼氢爆粉。

[0104] (2) 采用气流磨工艺将钕铁硼磁粉破碎至 3 微米。

[0105] (3) 将钕铁硼粉末在 3T 磁场中取向并压制成型;

[0106] (4) 将压坯置入真空烧结炉内,在 1080℃ 烧结 7 小时,然后进行二级热处理:其中第一级热处理温度 920℃,保温 5 小时;第二级热处理温度 550℃,保温 4 小时;最终获得烧结磁体。

[0107] 表 3. 采用不同粒度氢化镨颗粒掺杂制备再生烧结磁体磁性能及密度对比

[0108]

	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MG0e)	密度 (g/cm ³)
原始磁体 3	13.0	20.8	40.8	7.55
实施例 3	12.9	28.0	40.6	7.55
对比例 3-1	12.1	21.3	36.9	7.48
对比例 3-2	11.5	22.2	33.7	7.41
对比例 3-3	11.4	15.6	32.6	7.36

[0109] 综上所述,采用本发明的方法制备的再生磁体的各项磁性能指标可以回复到原始

磁体水平,其中矫顽力要高于原始磁体水平。与小颗粒氢化镨颗粒(小于100纳米)掺杂相比,具有更高的剩磁,矫顽力和磁能积;与大颗粒氢化镨颗粒(大于500纳米)掺杂相比,在达到同样矫顽力的基础上所需氢化镨含量少,因此磁体的剩磁、磁能积可以同时得到很好的回复。与传统烧结工艺相比,再生烧结磁体的烧结温度和热处理温度低,因此可以获得更高的矫顽力。此外,采用本发明方法可充分利用现有设备,工艺流程短,成本能耗低,节约资源。