



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105957679 A

(43)申请公布日 2016.09.21

(21)申请号 201610568002.X

(22)申请日 2016.07.18

(71)申请人 江苏东瑞磁材科技有限公司

地址 213149 江苏省常州市武进区武进经
发区腾龙路西太湖国际智慧园5栋

(72)发明人 廖超 王军文 卢国安 章文
周学虎

(74)专利代理机构 常州佰业腾飞专利代理事务
所(普通合伙) 32231

代理人 翁斌

(51)Int.Cl.

H01F 1/057(2006.01)

H01F 1/08(2006.01)

G23C 10/28(2006.01)

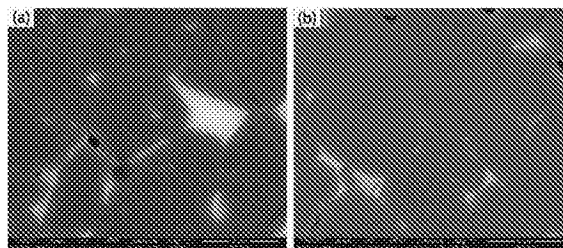
权利要求书1页 说明书11页 附图1页

(54)发明名称

一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料
及其制造方法

(57)摘要

本发明属于永磁材料技术领域,一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料,其成分为 $RE_1xRE_2yFzBwMmHn$,其中RE1选自Pr、Nd、Ho、Gd、La和Ce其中一种或两种以上,RE2选自Dy和Tb中的一种或两种,B选自硼和碳中的一种或两种,M选自Al、Cu、Zr、Nb、Ga、Si、Mo和Ti中的一种或两种以上,H为氧元素,剩余部分为F,F选自过渡元素Fe、Co和Ni中的一种或两种以上;其制造方法,(1)烧结制备毛坯,将基材两面覆盖重稀土板,在重稀土板与基材用钼网隔开,完成后放置于石墨料盒中;(2)在真空、高温下进行沉积和扩散;再在真空条件、低温下进行固态原子扩散;(3)重复步骤(2)一次以上。



1. 一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料,其特征在于:其成分为 $RE_1xRE_2yFzBwMmHn$,其中 x 、 y 、 z 、 w 、 m 和 n 分别代表各对应元素的质量百分比,其中 RE_1 选自Pr、Nd、Ho、Gd、La和Ce其中一种或两种以上, RE_2 选自Dy和Tb中的一种或两种,其含量为: $29wt\% \leq x+y \leq 33wt\%$,且 $0.01wt\% \leq y \leq 5wt\%$,B选自硼和碳中的一种或两种,其含量为 $0.9wt\% \leq w \leq 1.3wt\%$,M选自Al、Cu、Zr、Nb、Ga、Si、Mo和Ti中的一种或两种以上,且其含量为 $0.01wt\% \leq m \leq 2wt\%$,H为氧元素,其含量为 $1ppm \leq n \leq 4000ppm$,剩余部分为F,F选自过渡元素Fe、Co和Ni中的一种或两种以上;所述钕铁硼永磁材料厚度为 $1mm \sim 16mm$,磁特性为 $BH_{max}(MG0e) + Hc_j(k0e) \geq 55$,其中 $BH_{max} \geq 40MG0e$ 且 $Hc_j \leq 28k0e$ 。

2. 根据权利要求1所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:包括如下步骤:(1)烧结制备毛坯,将毛坯加工成 $1mm \sim 16mm$ 的基材,将基材两面覆盖重稀土板,并在重稀土板与基材之间用钼网隔开,完成后放置于石墨料盒中;

(2) 高低温沉积和扩散:在真空、 $650 \sim 950^\circ C$ 条件下进行沉积和扩散,然后冷却;再在真空条件、 $100 \sim 650^\circ C$ 下进行固态原子扩散;

(3) 重复步骤(2)一次以上。

3. 根据权利要求2所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:步骤(1)所述烧结制备毛坯步骤如下:采用甩片工艺在浇注温度下制备出甩片,通过氢脆工艺制备氢碎粉;添加抗氧化剂和润滑剂进行混料,并通过气流磨制备出细粉,并在气流研磨过程补氧不超过 $80ppm$,然后在磁场条件下进行取向充磁,再进行烧结和时效处理,制备出品界相均匀的毛坯。

4. 根据权利要求3所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:所述毛坯氧含量为 $1ppm \sim 4000ppm$ 。

5. 根据权利要求3或4所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:所述抗氧化剂质量为体系中物质总质量的 $0.01\% \sim 0.3\%$,所述润滑剂加入量为体系中物质总质量的 $0.01\% \sim 0.3\%$ 。

6. 根据权利要求3或4所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:所述基材主相被以薄层的面心立方结构的富稀土相包覆,且几乎没有或较少存在以团状形式存在的体心立方结构的富稀土相。

7. 根据权利要求2或3所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:所述的重稀土板为镗板或铽板,所述重稀土板及基材表面粗糙度 $Ra < 10\mu m$ 。

8. 根据权利要求2所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:步骤(2)所述的真空真空度为 $10^{-4}Pa \sim 500Pa$ 。

9. 根据权利要求2或8所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:步骤(2)所述的在 $650 \sim 950^\circ C$ 条件下进行沉积和扩散时间为 $0.1 \sim 5h$ 。

10. 根据权利要求2或8所述的高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,其特征就在于:步骤(2)所述在 $100 \sim 650^\circ C$ 下进行固态原子扩散时间为 $0.1 \sim 10h$ 。

一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明属于永磁材料技术领域,尤其涉及一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料及其制造方法。

背景技术

[0002] 随着钕铁硼永磁材料在空调压缩机、新能源汽车电机中的广泛应用,对电机的大转矩、耐高温、低成本等要求,越来越明显。

[0003] 现有单合金技术在兼顾低成本情况下,较难实现高磁能积高矫顽力的批量生产,尤其对应磁能积大于45MG0e并且 $H_{c j}$ 大于23k0e。如现有单合金技术对于磁能积大于42MG0e且 $H_{c j}$ 大于20K0e一般情况下,需要添加成本高的重稀土Dy或/和Tb比例 $\geq 1.5\text{wt}\%$ (纯Dy约1600元/kg,纯Tb成本约3550元/kg),无法在低成本情况下,研发或者批量生产出客户所要求的产品。

[0004] 现有晶界扩散技术,在成本、加工等方面存在不足。现有晶界主要有三大类:一类是采用含有重稀土的粉末、浆料涂覆于基体表面,通过物理的接触式扩散,实现重稀土元素沿晶界扩散,提高矫顽力,从而提高耐温性;但其不足之处:涂覆物会与基体粘连,导致需增加磨加工。由于需要对表层进行再次加工,因而不可避免地降低对矫顽力改善效果,同时现有测试表明,一般情况下晶界扩散深度在不太大降低剩磁情况下,扩散深度一般在500 μm 以内,磨加工精磨将导致至少双面100 μm 以上的损耗。由于重稀土在边界是按照浓度梯度扩散,接近扩散源浓度位置其效果是最好的,加工将导致耐温特性大幅度降低;并且由于表面不平,会导致加工倾斜问题,导致磁偏角扩大,即导致磁钢的取向方向磁场一致性变差,影响电机最大转矩及残留转矩;由于表面涂覆包裹一层,实际扩散只有少部分,导致扩散材料的浪费,生产成本低;长时间高于液相温度650 $^{\circ}\text{C}$ 以上,会导致永磁材料液相挥发,最终不可避免地使材料局部缺失液相,导致孔洞、主相晶粒直接连成一体,使材料去磁耦合作用缺失,在局部影响矫顽力提高,缺失较多将容易导致材料局部易失磁,特别是对于高磁能积牌号,其液相本身相对低磁能积牌号的液相较少,因为液相是非磁性相,高磁能积实际是提高磁性相的体积分数获得,相对常规牌号稀土相偏少。第二类,则是采用蒸镀或者磁控溅射等方法,通过物理或化学的方法在基材表面形成很薄的一层重稀土金属层(一般在30 μm 左右),由于采用溅射或者化学法,需要增加相应设备,并且溅射处理能力有限,不易批量生产;同时扩散源只有表面很薄的一层,无法持续提供高浓度的扩散源,影响扩散效果;并且由于采用长时间高温扩散,导致液相挥发,对高磁能积牌号在局部容易产生液相缺失,影响局部矫顽力提高,缺失情况下容易局部失磁。第三类为重稀土金属与基材不接触,采用在一定温度(一般为800 $^{\circ}\text{C}$ ~1100 $^{\circ}\text{C}$)及一定低真空度条件下使重稀土形成气态,不间断的扩散到基体表面,沉积并扩散,且扩散时间较长,其缺点:该类扩散一般在较高的温度长时间扩散,由于在650 $^{\circ}\text{C}$ 以上,钕铁硼永磁基材将会有液相生成,在长时间且高于液相温度条件下,将导致基材液相不断挥发,最终导致液相减少,使得基材局部存在不足进而影响液相的磁耦合作用,影响矫顽力的提高,并且扩散时间越长,局部存在液相缺失的数量就越多,最终

使得矫顽力无法进一步提高;同时由于在高温低真空条件,扩散源的重稀土源源不断的以蒸汽形式挥发出来,在获得较高矫顽力的情况下,长时间的挥发导致扩散源的重稀土损耗严重,虽然有采用密封性、变形小的钼盒作为盛装载体,但是以现有密封较好的钼盒尺寸200mm*100mm*50mm,其价格超过4000元,而一个常规300kg的真空烧结炉,盒数超过50盒,一次烧结炉所需要配套的钼盒价值超过200000元,再次投入成本高,虽扩散减小重稀土的使用,但由于再次投入成本高,额外增加成本;即使采用密封较好的钼盒,由于在较低真空度及高温下,不可避免的存在重稀土的挥发和浪费;虽重稀土金属沉积在钼盒表面,再升温可以使用,但由于稀土金属容易与水、氧气发生反应,因此必须增加额外的保护装置,额外增加成本;由于长时间高温扩散,基体表面会存在因重稀土扩散以及液相挥发物乘积在表面,因此也会产生粘连情况,需要进行磨加工处理;长时间高温扩散,将使得晶界处高浓度的重稀土Dy或/和Tb与主相晶体中的Pr/Nd等发生交换,并扩散进入主相,形成低剩磁或低磁能积的Dy₂Fe₁₄B及Tb₂Fe₁₄B,其饱和磁极化强度低于Nd₂Fe₁₄B的1/2,扩散时间越长,最终产生的Dy₂Fe₁₄B及Tb₂Fe₁₄B就越多,当达到一定量级,产品最终的剩磁和磁能积将明显降低。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是:通过对基材、扩散源进行处理,同时采用高温短时间重稀土沉积和扩散,低温长时间重稀土以原子扩散形式,在现有条件下情况下,有效地解决上述问题,并获得本发明所述的一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料及其制造方法。本发明围绕如何有效地降低晶界扩散导致地额外附加成本以及如何使扩散效果更好,最大限度减少基体表面的粘连,最大限度减少扩散源损耗,进而在较低成本情况下获得本发明所述的高磁能积高矫顽力产品,从而产品的耐温性。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料,其成分为RE₁xRE₂yFzBwMmHn,其中x、y、z、w、m和n分别代表各对应元素的质量百分比,其中RE₁选自Pr、Nd、Ho、Gd、La和Ce其中一种或两种以上,RE₂选自Dy和Tb中的一种或两种,其含量为:29wt%≤x+y≤33wt%,且0.01wt%≤y≤5wt%,B选自硼和碳中的一种或两种,其含量为0.9wt%≤w≤1.3wt%,M选自Al、Cu、Zr、Nb、Ga、Si、Mo和Ti中的一种或两种以上,且其含量为0.01wt%≤m≤2wt%,H为氧元素,其含量为1ppm≤n≤4000ppm,剩余部分为F,F选自过渡元素Fe、Co和Ni中的一种或两种以上;所述钕铁硼永磁材料厚度为1mm~16mm,磁特性为BH_{max}(MG0e)+Hc_j(k0e)≥55,其中BH_{max}≥40MG0e且Hc_j≤28k0e。

[0007] 上述高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料的制造方法,步骤如下:(1)烧结制备毛坯,将毛坯加工成1mm~16mm的基材,将基材两面覆盖重稀土板,并在重稀土板与基材之间用钼网隔开,完成后放置于石墨料盒中;

[0008] (2)高低温沉积和扩散:在真空、650~950℃条件下进行沉积和扩散,然后冷却;再在真空条件、100~650℃下进行固态原子扩散;

[0009] (3)重复步骤(2)一次以上。

[0010] 进一步地,步骤(1)所述烧结制备毛坯步骤如下:采用甩片工艺在浇注温度下制备出甩片,通过氢脆工艺制备氢碎粉;添加抗氧化剂和润滑剂进行混料,并通过气流磨制备出细粉,并在气流研磨过程补氧不超过80ppm,然后在磁场条件下进行取向充磁,再进行烧结和时效处理,制备出晶界相均匀的毛坯。

[0011] 作为优选,所述毛坯氧含量为1ppm~4000ppm。

[0012] 作为优选,所述抗氧化剂质量为体系中物质总质量的0.01%~0.3%,所述润滑剂加入量为体系中物质总质量的0.01%~0.3%,混料60min。

[0013] 作为优选,所述基材主相被以薄层的面心立方结构的富稀土相包覆,且几乎没有或较少存在以团状形式存在的体心立方结构的富稀土相。

[0014] 进一步地,所述的重稀土板为镉板或铽板,所述重稀土板及基材表面粗糙度Ra<10um。

[0015] 具体地,步骤(2)所述的真空真空度为 10^{-4} Pa~500Pa。

[0016] 作为优选,步骤(2)所述的在650~950℃条件下进行沉积和扩散时间为0.1~5h。

[0017] 作为优选,步骤(2)所述在100~650℃下进行固态原子扩散时间为0.1~10h。

[0018] 上述方法中第一步:制备相对主相和边界相分布较均匀的基材和具有较小粗糙度的扩散金属镉板或铽板和基材扩散表面,其原因是本发明扩散是基于首先需要以气态形式沉积于基材表面,扩散镉板或铽板表面以及基材扩散表面具有高的平整度,有利于均匀地产生和沉积在基材表面,并且扩散后不需要进行磨加工,高温下地扩散其基材本身内部扩散主要是靠浓度差和边界液相运输,基材内部特别是晶界相必须要均匀,由于烧结后的毛坯,其在冷却过程中,由于快冷,不可避免导致边界不明晰,边界相以及与主相晶体边界位置成分不均,后续时效处理实际是改变边界分布、相结构及微观形貌,因此本发明所述基材是至少是已完成第一步时效,进一步地最好已完成两步时效,其微观主要特征是主相被以薄层的面心立方结构的富稀土相包覆,且几乎没有或较少存在以团状存在的体心立方结构的富稀土相。第二步,将加工成所需要的成品形状,在第一步情况,采用切片或线切割,对基材的破坏,尤其是晶界相的晶体完整性和分布影响较小。第三步,通过前述,基材和重稀土板放置方式,在650℃到950℃沉积和扩散0.1~5h,实现高温条件下的重稀土金属原子沉积和液相扩散。第四步,将扩散后的样品进行100℃~650℃,0.1~10h低温长时间的固态原子扩散,完成低温扩散。第五步,循环高扩散和低温扩散,制备出所述一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料。

[0019] 本发明的原理:表面光洁度较好的基材和扩散源镉板或铽板,为扩散提高必要地均匀的气态镉或铽原子输入以及基材内部按照镉或铽原子的浓度差及液相扩散使得扩散更加均匀一致。高温短时间扩散,实际上是实现重稀土镉或铽原子在基材表面沉积以及伴随部分扩散,为扩散提供直接的扩散源并进行适度扩散,短时间扩散,防止扩散源的不断挥发导致地损耗,提高扩散源的使用次数,降低成本。低温长时间扩散,实际上是为了减小连续高温扩散导致的重稀土镉或铽的快速挥发,在低温状态下扩散源将很少或不挥发,同时由于低温扩散是固体原子扩散,因此,要通过较长时间完成基材内部的扩散。由于附着于基材表面的高浓度重稀土镉或铽随着扩散进行,将慢慢减薄并扩散进入基体,因此需要再次短时间基体表面形成重稀土镉或铽原子层,再前述扩散进行,循环扩散,最终得到本发明的一种高磁能积高矫顽力的钕铁硼永磁材料。本发明中涉及最终磁体氧含量控制,其主要原因在于氧在磁体中大多以稀土氧化物存在,且大部分分布在主相晶体边界,而扩散过程中氧化物以固体颗粒形式将阻碍扩散进程,氧含量过高,将增加扩散路径,降低扩散效果。

[0020] 有益效果:(1、低成本,改变单合金需要很高重稀土才能实现高Hc_j产品制备,采用低重稀土即可生产高耐温产品。

[0021] (2、解决非接触式扩散过程产品表面的粘连问题,不需要打磨处理,最大限度的保证扩散效果。

[0022] (3、采用高温重稀土沉积和液相扩散,加低温重稀土原子扩散,并循环扩散,有效地降低产品的局部失磁问题,耐高温性更高。

[0023] (4、提高现有晶界扩散在基材表面的均匀沉积和输送,为最终产品实现更加均匀扩散准备条件。

[0024] (5、进一步提高基材矫顽力:由于采用高温+低温长时间扩散方法,有效降低了液相的损耗,避免和减小局部因缺失导致的矫顽力降低,有利于矫顽力提高

[0025] (6、现有晶界扩散一般都是高温长时间扩散,长时间扩散使得进入基体内部的重稀土原子越多,形成更多的低饱和磁极化强度的 $Dy_2Fe_{14}B$ 及 $Tb_2Fe_{14}B$,将明显降低剩磁和磁能积,本发明采用高温短时间沉积、扩散,和低温长时间固体原子扩散,可较好地避免对剩磁和磁能积降低。

[0026] (7、减少现有持续长时间高温扩散,导致的重稀土镧或/和铽的挥发,减少扩散源的浪费。

[0027] (8、本发明在现有工艺设备条件可以实现,不需要额外配套特制的高耐高温不变形的钼制盒子,有效降低辅助配套成本以及专门为晶界扩散使用的特制烧结炉。

[0028] (9、本发明的扩散较好地改变现有晶界扩散带来的不利因素,相对成本、节约资源、扩散效果等适合批量生产。

附图说明

[0029] 图1为实施例1制备的基材微观形貌。

具体实施方式

[0030] 实施例1:

[0031] 基体制备:将成分为 $Nd_{28.3}Tb_{2.5}B_{0.96}Cu_{0.05}Co_{0.5}Zr_{0.13}Ga_{0.25}Fe$ 余下,采用甩片工艺,在 $1400^{\circ}C$ 浇注温度下制备出甩片平均厚度为 $0.3mm$,通过氢碎工艺制备出氢含量为 $1200ppm$ 的氢碎粉,并添加 $0.06wt\%$ 抗氧化剂和 $0.1wt\%$ 润滑剂混料 $60min$,通过气流磨制备出平均粒度为 $3.1 \pm 0.15\mu m$ 的细粉,然后在 $1.8T$ 充磁场条件下进行取向充磁,并在 $1073^{\circ}C$ 烧结 $5h$,然后在 $900^{\circ}C$ 保持 $2h$ 进行第一步时效,再在 $500^{\circ}C$ 下保持 $5h$ 进行第二步时效,制备出毛坯,然后加毛坯加工成 $20*18.8*1.8mm$ 的基材样品,且表面粗糙度为 $Ra:0.4\mu m$,其中磁体中心部位氧含量为 $1200ppm$ 。如图1所示,图a:为烧结结束后的存在大量团状的富稀土相(白亮);图b:为完成时效的晶体边界主要为薄层的富稀土相包覆(白色亮线),也存在少量团状富稀土相。

[0032] 第一次循环扩散:重稀土沉积及液相扩散处理:将加工好的样品,放置于 $0.3mm$ 厚的钼网上,并将钼网放置于镓板上,镓板表面粗糙 $Ra:0.18\mu m$,然后再在样品上表面放置一层 $0.3mm$ 厚钼网,其上再放置镓板,完成后放置于石墨料盒中,在真空度为 $0.5Pa$,温度 $900^{\circ}C$ 条件下,保持 $2h$,完成后充氩气开风机冷却。然后再在真空度为 $0.5Pa$,温度 $500^{\circ}C$ 下保持 $5h$,进行原子态的缓慢晶界扩散,完成后,充氩气开风机冷却至常温。

[0033] 第二次循环扩散:按照第一次循环的条件进行第二次扩散处理。

[0034] 第三次循环扩散:在第二次循环基础上,再按照第一次循环的条件进行第三扩散处理。

[0035] 实施例2

[0036] 采用将实施例1种制备出的毛坯加工成 $20*18.8*16\text{mm}$ 的样品,且表面粗糙度为 $Ra:5\mu\text{m}$,并在真空度为 $3.5*10^{-3}\text{Pa}$,温度为 650°C 进行扩散5h,完成后,进行真空度为 $3.5*10^{-3}\text{Pa}$,温度为 100°C 扩散5h。

[0037] 然后采用该扩散工艺,循环5次,制备出所需要的实施例2材料。其他同实施例1。

[0038] 实施例3

[0039] 采用将实施例1种制备出的毛坯加工成 $20*18.8*1\text{mm}$ 的样品,且表面粗糙度为 $Ra:0.2\mu\text{m}$,并在真空度为 0.5Pa ,温度为 950°C 进行扩散2h,完成后,进行真空度为 0.5Pa ,温度为 500°C 扩散5h。

[0040] 然后采用该扩散工艺,循环3次,制备出所需要的实施例3材料,其他同实施例1。

[0041] 对比例1

[0042] 采用基体制备:将成分为 $\text{Nd}28.3\text{Tb}2.5\text{B}0.96\text{Cu}0.05\text{Co}0.5\text{Zr}0.13\text{Ga}0.25\text{Fe}$ 余下,采用甩片工艺,在 1400°C 浇注温度下制备出甩片平均厚度为 0.3mm ,通过氢碎工艺制备出氢含量为 1200ppm 的氢碎粉,并添加 $0.06\text{wt}\%$ 抗氧化剂和 $0.1\text{wt}\%$ 润滑剂混料60min,通过气流磨制备出平均粒度为 $3.1\mu\text{m}\pm 0.15\mu\text{m}$ 的细粉,然后在 1.8T 充磁场条件下进行取向充磁,并在 1073°C 烧结5h,然后在 900°C 保持2h进行第一步时效,再在 500°C 下保持5h进行第二步时效,制备出毛坯,然后将毛坯加工成 $20*18.8*1.8\text{mm}$ 的基材样品,且表面粗糙度为 $Ra:0.4\mu\text{m}$,其中磁体中心部位氧含量为 1200ppm 。

[0043] 采用配方为 $\text{Pr}4.5\text{Nd}13.5\text{Dy}15\text{Ho}7\text{B}1\text{A}10.5\text{Cu}0.2\text{Co}2\text{Fe}56.3$ 制备成细粉平均粒度为 $2.8\mu\text{m}\pm 0.15\mu\text{m}$,并添加钕铁硼抗氧化剂 $0.1\text{wt}\%$,将该细粉涂覆于上述样品表面,放置于石墨料盒中,在真空度为 0.5Pa ,温度 900°C 条件下,保持2h,完成后充氩气开风机冷却。然后再在真空度为 0.5Pa ,温度 500°C 下保持5h,进行原子态的缓慢晶界扩散,完成后,充氩气开风机冷却至常温。第二次扩散:按照第一次循环的条件进行第二次扩散处理。第三次循环扩散:在第二次循环基础上,再按照第一次循环的条件进行第三扩散处理。

[0044] 对比例2

[0045] 采用将实施例1种制备出毛坯的加工成 $20*18.8*1\text{mm}$ 的样品,且表面粗糙度为 $Ra:0.2\mu\text{m}$,采用 DyF 调制的胶料,涂覆于样品表面,并在真空度为 0.5Pa ,温度为 900°C 进行扩散2h,完成后,进行真空度为 0.5Pa ,温度为 500°C 扩散5h。

[0046] 然后采用该扩散工艺,循环3次,制备出所需要的对比例2材料。

[0047] 表1开路磁损对比

[0048]

样品	扩散处理	耐温处理	耐高温处理 前磁通	耐温处理后磁通	磁损
实施例 1 基材	未做任何处理	120℃开路 2h	5400	3888	28.00%
		150℃开路 2h	5400	3246	39.89%
		165℃开路	5410	2820	47.87%
对比例 1	涂覆气流磨粉	120℃开路 2h	5420	5396	0.44%
		150℃开路 2h	5450	4796	12.00%
对比例 2	涂覆 DyF	120℃开路 2h	5440	5429	0.2%
		150℃开路 2h	5435	5163	5%
实施例 1 样品	纯金属 Dy 板, 非接触式渗 Dy	120℃开路 2h	5430	5428	0.04%
		150℃开路 2h	5470	5408	1.13%
		165℃开路	5430	4928	9.24%

[0049] 备注1:开路磁损实验方法是采用将产品充好磁放置在木板上,在一定时间和温度下,看磁体磁通是否衰减及衰减比例,一般来说矫顽力越高同样尺寸条件下,其产品在同样的条件磁通损失越少。目前作为行业内部分产品发货前的一种检验手段。

[0050] 备注2:尺寸20*18.8*1.8磁通采用磁通计型号为TA-102E,1档测试,对应满量程为0.01wb,最大满量程为10000。

[0051] 由表1可知:实施例1样品耐温特性明显优于同条件涂覆自制粉末以及采用1mm更薄的基材涂覆DyF浆料的接触式晶界扩散效果,且远优于基材。实施例1在开路条件下且磁损失相当情况下,耐温提高45℃以上。实施例1扩散完成后,基材表面较干净,无明显粘连物,不需要磨加工;对比例1、例2处理后,存在涂覆物粘连,不易加工,需要磨加工。本发明,不需要进行磨加工,而直接进行后处理,最大限度地保证扩散的效果。

[0052] 实施例4

[0053] 基体制备:将成分为Nd_{28.3}Tb_{2.5}B_{0.96}Cu_{0.05}Co_{0.5}Zr_{0.13}Ga_{0.25}Fe余下,采用甩片工艺,在1400℃浇注温度下制备出甩片平均厚度为0.3mm,通过氢碎工艺制备出氢含量为1200ppm的氢碎粉,并添加0.06wt%抗氧化剂和0.1wt%润滑剂混料60min,通过气流磨制备出平均粒度为3.1±0.15μm的细粉,然后在1.8T充磁场条件下进行取向充磁,并在1073℃烧结5h,然后在900℃保持2h进行第一步时效,再在500℃下保持5h进行第二步时效,制备出毛坯,然后加毛坯加工成20*18.8*8mm的基材样品,且表面粗糙度控制为Ra:1.9μm,磁体中心部位氧含量为1200ppm。

[0054] 第一次循环扩散:重稀土沉积及液相扩散处理:将加工好的样品,放置于0.3mm厚的钼网上,并将钼网放置于镗板上,然后再在样品上表面放置一层0.3mm厚钼网,其上再放置镗板,完成后放置于石墨料盒中,并在真空度为0.5Pa,900℃保持2h,完成后充氩气开风机冷却。然后再在真空度为0.5Pa,500℃下保持5h,进行原子态的缓慢晶界扩散,完成后,充氩气开风机冷却至常温。

[0055] 第二次循环扩散:按照第一次循环的条件进行第二次扩散处理。

[0056] 表2开路磁损对比(20*18.8*不同厚度)

[0057]

样品	尺寸 厚度	扩散处理工艺	耐温处理	耐温处理 前磁通	耐温处理 后磁通	磁损
实施例4 制备的 基材	8mm	不做处理	120℃开路 2h	2427	2407	0.82%
			150℃开路 2h	2436	1848	24.14%
实施例4	8 mm	0.5Pa	120℃开路 2h	2425	2423	0.08%

[0058]

样品		900℃/2h+500℃/5h 循环2次	150℃开路 2h	2438	2185	10.38%
实施例1 样品	1.8 mm	0.5Pa 900℃/2h+500℃/5h 循环3次	120℃开路 2h	5430	5428	0.04%
			150℃开路 2h	5470	5408	1.13%
实施例2 样品	16mm	3.5*10 ⁻³ Pa 650℃ /2h+100℃/5h 循环5次	120℃开路 2h	9850	9800	0.5%
			150℃开路 2h	9870	8389	15%
实施例3 样品	1mm	0.5Pa 950℃/2h+500℃/5h 循环3次	120℃开路 2h	1105	1104	0.09%
			150℃开路 2h	1120	1114	0.5%

[0059] 备注1:尺寸20*18.8*8/16磁通采用磁通计型号为TA-102E,10档测试,对应满量程为0.1wb,最大满量程为10000。

[0060] 由表2表明:随着扩散基材厚度增加,扩散效果将受到影响,但即使在厚度为16mm情况下,采用较低的扩散温度较高真空度且5次循环情况下,相对基材也有一定扩散效果。

[0061] 实施例5

[0062] 基体制备:将成分为Nd_{27.8}Dy₃Ho_{0.8}B₁Cu_{0.12}Co_{1.5}Nb_{0.25}Zr_{0.07}Ga_{0.1}Fe余下,采用甩片工艺,在1400℃浇注温度下制备出甩片平均厚度为0.3mm,通过氢碎工艺制备出氢含量为1500ppm的氢碎粉,并添加0.1wt%抗氧化剂和0.2wt%润滑剂混料60min,通过气流磨制备出平均粒度为3.2±0.15μm的细粉,并在气流磨研磨过程补氧20ppm~80ppm,然后在

1.5T充磁场条件下进行取向充磁,并在1073℃烧结5h,然后在920℃保持2h进行第一步时效,再在500℃下保持5h进行第二步时效,制备出毛坯,然后将毛坯加工成20*18.8*1.8mm的基材样品,且表面粗糙度为Ra:0.6 μ m,其中磁体中心部位氧含量为2500ppm。

[0063] 第一次循环扩散:重稀土沉积及液相扩散处理:将加工好的样品,放置于0.3mm厚的钼网上,并将钼网放置于镗板上,镗板表面粗糙Ra:0.18 μ m,然后再在样品上表面放置一层0.3mm厚钼网,其上再放置镗板,完成后放置于石墨料盒中,在真空度为0.5Pa,温度900℃条件下,保持2h,完成后充氩气开风机冷却。然后再在真空度为0.5Pa,温度500℃下保持5h,进行原子态的缓慢晶界扩散,完成后,充氩气开风机冷却至常温。

[0064] 第二次循环扩散:按照第一次循环的条件进行第二次扩散处理。

[0065] 第三次循环扩散:在第二次循环基础上,再按照第一次循环的条件进行第三扩散处理。

[0066] 表3开路磁损对比(样品尺寸:20*18.8*1.8)

[0067]

样品	扩散处理	耐温处理	耐高温处理 前磁通	耐温处理后磁通	磁损
实施例 5 对应 基材	未做任何处理	120℃开路 2h	5150	3862	25.01%
		150℃开路 2h	5170	3361	34.99%
		165℃开路	5165	2944	43.00%
实施例 5 扩散 后的样品	纯金属 Dy 板, 非 接触式渗 Dy	120℃开路 2h	5164	5163	0.02%
		150℃开路 2h	5155	5103	1.01%
		165℃开路	5172	4810	7.00%

[0068] 备注1:尺寸20*18.8*1.8磁通采用磁通计型号为TA-102E,1档测试,对应满量程为0.01wb,最大满量程为10000。

[0069] 由表3可知,采用实施例5配方(实际特性为42SH具体见表5磁特性),在1.8mm情况下,耐温特性也远高于不处理的相同配方的基材,耐温特性扩散后超过45℃。

[0070] 限于现有磁测试仪器和测试条件影响,本发明针对35UH 8mm样品进行磁性能测试对比,以及制备成1.8mm厚相同尺寸的磁损实验,以评估本发明实际H_{cj}大小。

[0071] 表4牌号磁损等价对比(150℃开路/2H)

[0072]

牌号	H _{cj} (kOe)	尺寸	耐温处理前 磁通	耐温处理磁 通	磁损
35UH	25.35	20*18.8*1.8	4655	4480	3.76%
实施例 1 制 备的基材	19.98	20*18.8*1.8	5400	3246	39.89%
实施例 1 扩 散后的样品		20*18.8*1.8	5470	5408	1.13%
35UH	25.35	20*18.8*8	2130	2080	2.35%
实施例 4 制 备的基材	19.98	20*18.8*8	2436	1848	24.14%
实施例 4 扩 散后的样品		20*18.8*8	2438	2185	10.38%

[0073] 由表4牌号磁损对比结果可知,扩散对2种规格都有改善,其中在取向厚度1.8mm扩散三次且扩散源及基材表面粗糙度较低情况下,本发明磁损优于UH牌号磁损,因此间接证明,本发明扩散效果达到UH水平,且磁通相对基材基本未发生变化。

[0074] 表5磁性能数据表

[0075]

样品	处理方式	Br(kGs)	BHmax(MGOe)	H _{cj} (kOe)	测试 温度	备注
实施例 1、 2、3、4 使用的基 材	未做任何处 理	13.85	44.94	19.98	20℃	制备标 准的 φ 10*10 圆柱
35UH3	无	12.22	25.35	35.43	20℃	间接对 比样
实施例 4 样品	扩散 2 个循 环	13.69	43.58	21.30	20℃	制备标 准的 φ 10*8 圆

[0076]

						柱
实施例 5 使用的基 材		13.02	40.64	20.96	20℃	制备标 准的φ 10*10 圆柱

[0077] 备注:采用AMT-4磁性测量仪测试圆柱φ10*8或者φ10*10磁特性。

[0078] 表6实验损耗测试

[0079]

	实验周期	实验前	实验后	平均损耗率
实施例 1	3 次高低温扩散循环 (900℃/2H+500℃ /5h)	上 Dy 板 : 100.337g	上 Dy 板 : 99.916g	0.42%
		下 Dy 板 : 105.553g	下 Dy 板 : 105.087g	0.44%
实施例 3	3 次高低温扩散循环 (950℃/2H+500℃ /5h)	上 Dy 板 : 100.5g	上 Dy 板: 95.3g	5.17%
		下 Dy 板 : 99.824g	下 Dy 板:96.03g	3.8%
实施例 5	3 次高低温扩散循环 (900℃/2H+500℃ /5h)	上 Dy 板 : 99.54g	下 Dy 板:99.241g	0.30%
		上 Dy 板 : 96.782g	下 Dy 板 : 96.443g	0.35%
对比例 1	3 次高低温扩散循环	涂覆物 30g	涂覆粉末粘连, 无法再次使用	100%
对比例 2	3 次高低温扩散循环	涂覆浆料 40g	涂覆粉末粘连, 无法再次使用	100%

[0080] 由表6可知:实施例1本发明所消耗的重稀土Dy板,在(900℃+500℃)情况下3个周期累计21h,实际损耗平均为-0.43%,但当温度升高到高温950℃的实施例3的情况下,损耗增加到3.8%以上,因此随着第一步扩散温度增加,其损耗是明显增大的;实施例5采用另一种配方情况下,重稀土Dy板,在(900℃+500℃)情况下3个周期累计21h,平均衰减约0.33%;实施例1、实施例3、实施例5均远优于对比例涂覆物一次使用,同时未使用致密高温变形小的昂贵钼盒,降低晶界扩散的配套成本和高温持续挥发导致的Dy板损耗。

[0081] 应当理解,以上所描述的具体实施例仅用于解释本发明,并不用于限定本发明。由

本发明的精神所引伸出的显而易见的变化或变动仍处于本发明的保护范围之内。

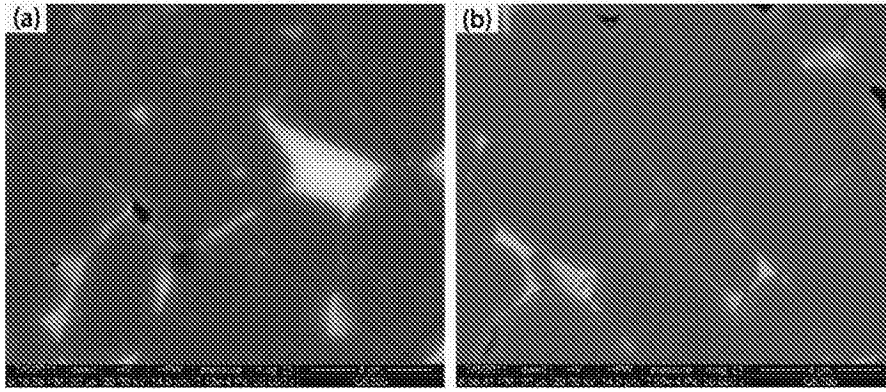


图1