



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111627633 B

(45) 授权公告日 2022.05.31

(21) 申请号 202010599672.4

(22) 申请日 2020.06.28

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111627633 A

(43) 申请公布日 2020.09.04

(73) 专利权人 福建省长汀金龙稀土有限公司  
地址 366300 福建省龙岩市长汀经济开发  
区工业新区

专利权人 厦门钨业股份有限公司

(72) 发明人 付刚 黄佳莹 黄清芳 许德钦

(74) 专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283  
专利代理师 薛琦 陈卓

(51) Int.Cl.

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 41/02 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 110957091 A, 2020.04.03

CN 110957092 A, 2020.04.03

CN 110853855 A, 2020.02.28

CN 110828089 A, 2020.02.21

审查员 万琦萍

权利要求书4页 说明书11页

(54) 发明名称

一种R-T-B系磁性材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种R-T-B系磁性材料,其特征在于,以重量百分比计,其包含下述组分: 27.42wt.%~33.00wt.%的R;所述的R为稀土元素,其包含Pr和R<sup>H</sup>;所述的Pr≥15.00wt.%;所述的R<sup>H</sup>包含Tb和/或Dy;0.24wt.%~0.80wt.%的Cu;0.19wt.%~0.30wt.%的Zr;0wt.%~1.52wt.%的Al;0.90wt.%~1.03wt.%的B;和,0.04wt.%~0.09wt.%的Ga或0.28wt.%~1.50wt.%的Ga。该磁性材料具有较佳的剩磁、矫顽力、温度系数等。

1. 一种R-T-B系磁性材料,其特征在於,以重量百分比计,所述的R-T-B系磁性材料的组分如下:

| 编号 | Nd     | Pr     | Dy    | Tb    | Fe     | B     | Al    | Ga    | Cu    | Zr    |
|----|--------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1  | 9.201  | 21.301 | 0     | 0.501 | 66.64  | 0.932 | 0.801 | 0.04  | 0.394 | 0.193 |
| 2  | 10.192 | 19.795 | 0.201 | 0.692 | 66.63  | 0.985 | 0.472 | 0.282 | 0.501 | 0.254 |
| 3  | 7.795  | 22.294 | 0.492 | 0.201 | 66.46  | 0.982 | 0.725 | 0.448 | 0.352 | 0.252 |
| 4  | 12.684 | 15.968 | 0.569 | 0.276 | 66.88  | 0.984 | 1.523 | 0.312 | 0.547 | 0.257 |
| 5  | 11.562 | 15.002 | 0     | 0.851 | 70.55  | 0.951 | 0.154 | 0.049 | 0.684 | 0.197 |
| 6  | 13.215 | 18.681 | 1.103 | 0     | 65.336 | 1.032 | 0     | 0.088 | 0.243 | 0.302 |
| 7  | 10.694 | 19.218 | 0.321 | 0.536 | 65.102 | 0.903 | 0.658 | 1.498 | 0.795 | 0.275 |

其中数字的单位为wt. %;

其中,上述编号1-7的磁性材料的磁性能相应的为下表磁性能效果;

| 编号 | Br<br>(kGs) | Hcj<br>(kOe) | SQ<br>(%) | BHmax<br>(MGoe) | 20-80<br>℃矫顽力<br>温度系<br>数%/℃ | 20-150<br>℃矫顽力<br>温度系<br>数%/℃ | 20-180<br>℃矫顽力<br>温度系<br>数%/℃ |
|----|-------------|--------------|-----------|-----------------|------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 1  | 13.07       | 24.24        | 99.1      | 41.06           | /                            | 0.508                         | /                             |
| 2  | 13.26       | 25.31        | 98.3      | 42.27           | /                            | 0.497                         | /                             |
| 3  | 13.01       | 26.89        | 98.6      | 40.69           | /                            | 0.482                         | /                             |
| 4  | 12.64       | 28.61        | 97.3      | 38.41           | /                            | 0.464                         | /                             |
| 5  | 14.73       | 19.93        | 98.5      | 52.16           | 0.641                        | /                             | /                             |
| 6  | 13.08       | 21.35        | 98.6      | 41.13           | 0.627                        | /                             | /                             |
| 7  | 12.78       | 34.84        | 98.5      | 39.26           | /                            | /                             | 0.402                         |

2. 如权利要求1所述的R-T-B系磁性材料,其特征在於,所述的R-T-B系磁性材料按照方法一制备,所述的方法一包括下述步骤:将原料进行熔炼、铸造、制粉、成型、烧结、热处理,得到所述的R-T-B系磁性材料即可。

3. 如权利要求2所述的R-T-B系磁性材料,其特征在於,所述的R-T-B系磁性材料由所述的R、所述的Cu、所述的Zr、所述的Al、所述的B、所述的Ga和所述的Fe组成;

和/或,所述的熔炼的温度为1400-1500℃;

和/或,所述的熔炼的压力为 $5 \times 10^{-2}$ Pa;

和/或,所述的铸造在Ar气体中进行;

和/或,所述的铸造的压力为5.5万Pa;

和/或,所述的铸造的冷却速度为 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒;

和/或,所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎;

和/或,所述的制粉后的D50粒径为3.2~5.0 $\mu\text{m}$ ;

和/或,所述的成型方式为磁场成型法;

和/或,所述的烧结为三次烧结;

和/或,所述的热处理的温度为460 $^{\circ}\text{C}$ ~480 $^{\circ}\text{C}$ ;

和/或,所述的热处理的时间为3小时;

和/或,所述的热处理在Ar气体中进行。

4.如权利要求3所述的R-T-B系磁性材料,其特征在于,

当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的吸氢破碎的吸氢温度为20-25 $^{\circ}\text{C}$ ;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的吸氢破碎的吸氢压力为0.15MPa;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的吸氢破碎的脱氢温度为500~550 $^{\circ}\text{C}$ ;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的微粉碎为气流磨粉碎;所述的气流磨粉碎时的环境为含氧量为150ppm以下的氮气下;所述的气流磨粉碎时的压力为0.38MPa;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的制粉还加入硬脂酸锌;所述的硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%;

和/或,当所述的成型方式为磁场成型法时,所述的磁场成型为两次成型:初次成型时的压力为0.35ton/cm<sup>2</sup>,第二次成型时的压力为1.3 ton/cm<sup>2</sup>;

和/或,当所述的成型方式为磁场成型法时,所述的磁场成型为两次成型:初次成型时的磁场强度为1.6T,第二次成型时无磁场;

和/或,当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的温度为300 $^{\circ}\text{C}$ ,第二次烧结时的温度为600 $^{\circ}\text{C}$ ,第三次烧结时的温度为1060 $^{\circ}\text{C}$ ~1065 $^{\circ}\text{C}$ ;

和/或,当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的时间为1小时,第二次烧结时的时间为1小时,第三次烧结时的时间为6小时;

和/或,所述的热处理的温度为470 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.一种R-T-B系磁性材料的制备方法,其包括下述步骤:将原料进行熔炼、铸造、制粉、成型、烧结、热处理,得到R-T-B系磁性材料即可;

以重量百分比计,

所述的R-T-B系磁性材料的原料的组分如下:

| 编号 | Nd    | Pr    | Dy   | Tb   | Fe    | B    | Al   | Ga   | Cu   | Zr   |
|----|-------|-------|------|------|-------|------|------|------|------|------|
| 1  | 9.2   | 21.3  | 0    | 0.5  | 66.65 | 0.93 | 0.8  | 0.02 | 0.4  | 0.2  |
| 2  | 10.2  | 19.8  | 0.2  | 0.7  | 66.61 | 0.99 | 0.47 | 0.28 | 0.5  | 0.25 |
| 3  | 7.8   | 22.3  | 0.5  | 0.2  | 66.45 | 0.98 | 0.72 | 0.45 | 0.35 | 0.25 |
| 4  | 12.70 | 15.95 | 0.57 | 0.28 | 66.88 | 0.98 | 1.52 | 0.31 | 0.55 | 0.26 |
| 5  | 11.50 | 15.00 | 0    | 0.85 | 70.61 | 0.95 | 0.15 | 0.05 | 0.68 | 0.20 |
| 6  | 13.25 | 18.65 | 1.10 | 0    | 65.33 | 1.03 | 0    | 0.09 | 0.24 | 0.30 |
| 7  | 10.70 | 19.20 | 0.32 | 0.54 | 65.11 | 0.90 | 0.66 | 1.50 | 0.80 | 0.28 |

其中数字的单位为wt. %;

其中,上述编号1-7的磁性材料的磁性能相应的为下表磁性能效果;

| 编号 | Br<br>(kGs) | Hcj<br>(kOe) | SQ<br>(%) | BHmax<br>(MGoe) | 20-80               | 20-150              | 20-180              |
|----|-------------|--------------|-----------|-----------------|---------------------|---------------------|---------------------|
|    |             |              |           |                 | ℃矫顽力<br>温度系<br>数%/℃ | ℃矫顽力<br>温度系<br>数%/℃ | ℃矫顽力<br>温度系<br>数%/℃ |
| 1  | 13.07       | 24.24        | 99.1      | 41.06           | /                   | 0.508               | /                   |
| 2  | 13.26       | 25.31        | 98.3      | 42.27           | /                   | 0.497               | /                   |
| 3  | 13.01       | 26.89        | 98.6      | 40.69           | /                   | 0.482               | /                   |
| 4  | 12.64       | 28.61        | 97.3      | 38.41           | /                   | 0.464               | /                   |
| 5  | 14.73       | 19.93        | 98.5      | 52.16           | 0.641               | /                   | /                   |
| 6  | 13.08       | 21.35        | 98.6      | 41.13           | 0.627               | /                   | /                   |
| 7  | 12.78       | 34.84        | 98.5      | 39.26           | /                   | /                   | 0.402               |

6. 如权利要求5所述的制备方法,其特征在于,所述的熔炼的温度为1400-1500℃;

和/或,所述的熔炼的压力为 $5 \times 10^{-2}$ Pa;

和/或,所述的铸造在Ar气体中进行;

和/或,所述的铸造的压力为5.5万Pa;

和/或,所述的铸造的冷却速度为 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒;

和/或,所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎;

和/或,所述的制粉后的D50粒径为3.2~5.0 $\mu$ m;

和/或,所述的成型方式为磁场成型法;

和/或,所述的烧结为三次烧结;

和/或,所述的热处理的温度为460℃~480℃;

和/或,所述的热处理的时间为3小时;

和/或,所述的热处理在Ar气体中进行。

7. 如权利要求6所述的制备方法,其特征在于,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的吸氢破碎的吸氢温度为20-25℃;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的吸氢破碎的吸氢压力为0.15MPa;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的吸氢破碎的脱氢温度为500~550℃;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的微粉碎为气流磨粉碎;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的制粉还加入硬脂酸锌;

和/或,当所述的成型方式为磁场成型法时,所述的磁场成型为两次成型;

和/或,当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的温度为300℃,第二次烧结时的温度为600℃,第三次烧结时的温度为1060℃~1065℃;

和/或,当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的时间为1小时,第二次烧结时的时间为1小时,第三次烧结时的时间为6小时;

和/或,所述的热处理的温度为470℃。

8. 如权利要求7所述的制备方法,其特征在于,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的微粉碎为气流磨粉碎,所述的气流磨粉碎时的环境为含氧量为150ppm以下的氮气下;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的微粉碎为气流磨粉碎,所述的气流磨粉碎时的压力为0.38MPa;

和/或,当所述的制粉的方式依次为吸氢破碎、微粉碎时,所述的制粉还加入硬脂酸锌;所述的硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%;

和/或,当所述的成型方式为磁场成型法时,所述的磁场成型为两次成型:初次成型时的压力为0.35ton/cm<sup>2</sup>,第二次成型时的压力为1.3 ton/cm<sup>2</sup>;

和/或,当所述的成型方式为磁场成型法时,所述的磁场成型为两次成型:初次成型时的磁场强度为1.6T,第二次成型时无磁场;

和/或,当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的温度为300℃,第二次烧结时的温度为600℃,第三次烧结时的温度为1075℃。

9. 一种R-T-B系磁性材料,其按照权利要求5~8中任一项所述的R-T-B系磁性材料的制备方法制备。

## 一种R-T-B系磁性材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种R-T-B系磁性材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 以 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 为主要成分的钕铁硼(NdFeB)磁体材料,具有较高的剩磁、矫顽力和最大磁能积,综合磁性能优良,应用在风力发电、新能源汽车、变频家电等方面。目前现有技术中的钕铁硼磁体材料中的稀土成分通常以钕为主,只少量的镨。目前现有技术中虽然有少量报道将镨替换一部分的钕可提高磁体材料的性能,但是提高的程度有限,仍然没有显著的提升。另一个方面,现有技术中矫顽力和剩磁的性能均较好的钕铁硼磁体材料,同时还需要依赖重稀土元素的大量添加,成本较为昂贵。

### 发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题为现有的R-T-B系磁性材料的组成较为单一,为此,本发明提供了一种R-T-B系磁性材料及其制备方法,该材料具有较佳的剩磁、矫顽力、温度系数等。

[0004] 本发明提供了一种R-T-B系磁性材料,其特征在于,以重量百分比计,其包含下述组分:

[0005] 27.42wt.%~33.00wt.%的R;所述的R为稀土元素,其包含Pr和 $\text{R}^{\text{H}}$ ;所述的Pr $\geq$ 15.00wt.%;所述的 $\text{R}^{\text{H}}$ 包含Tb和/或Dy;

[0006] 0.24wt.%~0.80wt.%的Cu;

[0007] 0.19wt.%~0.30wt.%的Zr;

[0008] 0wt.%~1.52wt.%的Al;

[0009] 0.90wt.%~1.03wt.%的B;

[0010] 和,0.04wt.%~0.09wt.%的Ga、或、0.28wt.%~1.50wt.%的Ga。

[0011] 在某一方案中,所述的磁性材料里某些组分的定义、含量等如下所述,未涉及的组分的定义、含量等如前任一方案所述(以下简称“在某一方案中”):所述的R的含量可为29.50wt.%~31.00wt.%,又可为30.77wt.%~30.88wt.%,还可为30.78wt.%。

[0012] 在某一方案中,所述的R由Pr和 $\text{R}^{\text{H}}$ 组成。

[0013] 在某一方案中,所述的R可还包含Nd。

[0014] 在某一方案中,当所述的R还包含Nd时,所述的R由Nd、Pr和 $\text{R}^{\text{H}}$ 组成。

[0015] 在某一方案中,当所述的R还包含Nd时,所述的Nd的含量可为7.80wt.%~13.22wt.%,又可为9.20wt.%~12.68wt.%,还可为10.19wt.%、10.69wt.%或11.56wt.%。

[0016] 在某一方案中,所述的Pr的含量可为15.00wt.%~22.29wt.%,又可为15.97wt.%~21.30wt.%,还可为18.68wt.%、19.22wt.%或19.80wt.%。

[0017] 在某一方案中,所述的 $\text{R}^{\text{H}}$ 的含量可为0.50wt.%~1.10wt.%,又可为0.69wt.%~

0.89wt.%, 还可为0.85wt.%~0.86wt.%。

[0018] 在某一方案中, 所述的R<sup>H</sup>的质量与所述的R的质量比值可为0.016~0.033, 又可为0.023~0.031, 还可为0.028~0.029。

[0019] 所述的R<sup>H</sup>为本领域常规的重稀土元素。

[0020] 在某一方案中, 所述的R<sup>H</sup>为Tb和/或Dy。

[0021] 在某一方案中, 当所述的R<sup>H</sup>包含Tb时, 所述的Tb的含量可为0.20wt.%~0.85wt.%, 又可为0.28wt.%~0.69wt.%, 还可为0.50wt.%~0.54wt.%。

[0022] 在某一方案中, 当所述的R<sup>H</sup>包含Dy时, 所述的Dy的含量可为0.20wt.%~1.10wt.%, 又可为0.32wt.%~0.57wt.%, 还可为0.49wt.%。

[0023] 在某一方案中, 所述的Cu的含量可为0.35wt.%~0.68wt.%, 又可为0.39wt.%~0.55wt.%, 还可为0.50wt.%。

[0024] 在某一方案中, 所述的Zr的含量可为0.25wt.%~0.28wt.%, 还可为0.26wt.%。

[0025] 在某一方案中, 所述的Al的含量可为0.15wt.%~0.80wt.%, 又可为0.47wt.%~0.73wt.%, 还可为0.66wt.%。

[0026] 在某一方案中, 所述的B的含量可为0.93wt.%~0.99wt.%, 又可为0.95wt.%~0.98wt.%。

[0027] 在某一方案中, 所述的Ga的含量可为0.04wt.%~0.09wt.%, 又可为0.05wt.%。

[0028] 在某一方案中, 所述的Ga的含量可为0.28wt.%~1.50wt.%, 又可为0.31wt.%~0.45wt.%。

[0029] 除上述的过渡金属外, 所述的R-T-B系磁性材料中的T还可包含其他的本领域常规的过渡金属。

[0030] 在某一方案中, 所述的T可包含Fe。

[0031] 在某一方案中, 当所述的T可包含Fe时, 所述的Fe的含量可为65.10wt.%~70.55wt.%, 又可为65.34wt.%~66.88wt.%, 还可为66.46wt.%、66.63wt.%或66.64wt.%。

[0032] 在某一方案中, 所述的T可由Fe、Cu和Zr组成。

[0033] 在某一方案中, 所述的R-T-B系磁性材料可由所述的R、所述的Cu、所述的Zr、所述的Al、所述的B、所述的Ga、和、所述的Fe组成。

[0034] 所述的R-T-B系磁性材料可含有不可避免的杂质, 例如碳元素。

[0035] 在某一方案中, 以重量百分比计, 所述的R-T-B系磁性材料的组分如下任一所示:

| 编号       | Nd     | Pr     | Dy    | Tb    | Fe     | B     | Al    | Ga    | Cu    | Zr    |
|----------|--------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1        | 9.201  | 21.301 | 0     | 0.501 | 66.64  | 0.932 | 0.801 | 0.04  | 0.394 | 0.193 |
| 2        | 10.192 | 19.795 | 0.201 | 0.692 | 66.63  | 0.985 | 0.472 | 0.282 | 0.501 | 0.254 |
| [0036] 3 | 7.795  | 22.294 | 0.492 | 0.201 | 66.46  | 0.982 | 0.725 | 0.448 | 0.352 | 0.252 |
| 4        | 12.684 | 15.968 | 0.569 | 0.276 | 66.88  | 0.984 | 1.523 | 0.312 | 0.547 | 0.257 |
| 5        | 11.562 | 15.002 | 0     | 0.851 | 70.55  | 0.951 | 0.154 | 0.049 | 0.684 | 0.197 |
| 6        | 13.215 | 18.681 | 1.103 | 0     | 65.336 | 1.032 | 0     | 0.088 | 0.243 | 0.302 |

|        |   |        |        |       |       |        |       |       |       |       |       |
|--------|---|--------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| [0037] | 7 | 10.694 | 19.218 | 0.321 | 0.536 | 65.102 | 0.903 | 0.658 | 1.498 | 0.795 | 0.275 |
|--------|---|--------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|

[0038] 表中数字的单位为wt.%。

[0039] 所述的R-T-B系磁性材料可按照本领域该类材料常规的方法制备。

[0040] 在某一方案中,所述的R-T-B系磁性材料可按照方法一制备,所述的方法一包括下述步骤:将原料进行熔炼、铸造、制粉、成型、烧结、热处理,得到所述的R-T-B系磁性材料即可。

[0041] 在所述的方法一中,本领域技术人员能够结合在制备过程中存在的损耗、引入的杂质等,调整目标产品R-T-B系磁性材料的组分,获得上述的原料的组分。

[0042] 在所述的方法一中,所述的熔炼可为本领域常规的熔炼。所述的熔炼的温度可为1400-1500℃。所述的熔炼的压力可为 $5 \times 10^{-2}$ Pa。

[0043] 在所述的方法一中,所述的铸造可为本领域常规的铸造。所述的铸造可在Ar气体中进行。所述的铸造的压力可为5.5万Pa。所述的铸造的冷却速度可为 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒。

[0044] 在所述的方法一中,所述的制粉可为本领域常规的制粉。所述的制粉的方式可依次为吸氢破碎、微粉碎。所述的制粉后的D50粒径可为3.2~5.0μm。

[0045] 所述的吸氢破碎可为本领域常规的吸氢破碎。所述的吸氢破碎的吸氢温度可为20-25℃。所述的吸氢破碎的吸氢压力可为0.15MPa。所述的吸氢破碎的脱氢温度可为500~550℃。

[0046] 所述的微粉碎可为本领域常规的微粉碎。所述的微粉碎可为气流磨粉碎。所述的气流磨粉碎时的环境可为含氧量为150ppm以下的氮气下。所述的气流磨粉碎时的压力可为0.38MPa。

[0047] 所述的制粉还可加入硬脂酸锌。所述的硬脂酸锌的添加量可为混合后粉末重量的0.12%。

[0048] 在所述的方法一中,所述的成型可为本领域常规的成型。所述的成型方式可为磁场成型法。

[0049] 当所述的成型方式可为磁场成型法时,所述的磁场成型可为两次成型。当所述的磁场成型为两次成型时,初次成型时的压力可为 $0.35 \text{ ton/cm}^2$ ,第二次成型时的压力可为 $1.3 \text{ ton/cm}^2$ 。当所述的磁场成型为两次成型时,初次成型时的磁场强度可为1.6T,第二次成型时无磁场。

[0050] 在所述的方法一中,所述的烧结可为本领域常规的烧结。所述的烧结可为三次烧结。当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的温度可为300℃,第二次烧结时的温度可为600℃,第三次烧结时的温度可为1060℃~1065℃。当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的时间可为1小时,第二次烧结时的时间可为1小时,第三次烧结时的时间可为6小时。

[0051] 在所述的方法一中,所述的热处理可为本领域常规的热处理。所述的热处理的温度可为460℃~480℃(例如470℃)。所述的热处理的时间可为3小时。所述的热处理可在Ar气体中进行。

[0052] 本发明还提供了一种R-T-B系磁性材料的制备方法,其包括下述步骤:将原料进行熔炼、铸造、制粉、成型、烧结、热处理,得到R-T-B系磁性材料即可;

[0053] 以重量百分比计,所述的R-T-B系磁性材料的原料包含下述组分:

- [0054] 27.35wt.%~33.00wt.%的R;所述的R为稀土元素,其包含Pr和R<sup>H</sup>;所述的Pr $\geq$ 15.00wt.%;所述的R<sup>H</sup>包含Tb和/或Dy;
- [0055] 0.24wt.%~0.80wt.%的Cu;
- [0056] 0.20wt.%~0.30wt.%的Zr;
- [0057] 0wt.%~1.52wt.%的Al;
- [0058] 0.90wt.%~1.03wt.%的B;
- [0059] 和,0.02wt.%~0.09wt.%的Ga,或,0.28wt.%~1.50wt.%的Ga。
- [0060] 在所述的制备方法中,所述的原料里某些组分的定义、含量、制备方法参数等如下所述,未涉及的组分的定义、含量、制备方法参数等如前任一方案所述(以下简称“在所述的制备方法中”):所述的R的含量可为29.50wt.%~31.00wt.%,又可为30.76wt.%~30.90wt.%,还可为30.80wt.%。
- [0061] 在所述的制备方法中,所述的R由Pr和R<sup>H</sup>组成。
- [0062] 在所述的制备方法中,所述的R可还包含Nd。
- [0063] 在所述的制备方法中,当所述的R还包含Nd时,所述的R由Nd、Pr和R<sup>H</sup>组成。
- [0064] 在所述的制备方法中,当所述的R还包含Nd时,所述的Nd的含量可为7.80wt.%~13.25wt.%,又可为9.20wt.%~12.70wt.%,还可为10.20wt.%、10.70wt.%或11.50wt.%。
- [0065] 在所述的制备方法中,所述的Pr的含量可为15.00wt.%~22.30wt.%,又可为15.95wt.%~21.30wt.%,还可为18.65wt.%、19.20wt.%或19.80wt.%。
- [0066] 在所述的制备方法中,所述的R<sup>H</sup>的含量可为0.50wt.%~1.10wt.%,又可为0.70wt.%~0.90wt.%,还可为0.85wt.%~0.86wt.%。
- [0067] 在所述的制备方法中,所述的R<sup>H</sup>的质量与所述的R的质量比值可为0.016~0.033,又可为0.023~0.031,还可为0.028~0.029。
- [0068] 所述的R<sup>H</sup>为本领域常规的重稀土元素。
- [0069] 在所述的制备方法中,所述的R<sup>H</sup>为Tb和/或Dy。
- [0070] 在所述的制备方法中,当所述的R<sup>H</sup>包含Tb时,所述的Tb的含量可为0.20wt.%~0.85wt.%,又可为0.28wt.%~0.70wt.%,还可为0.50wt.%~0.54wt.%。
- [0071] 在所述的制备方法中,当所述的R<sup>H</sup>包含Dy时,所述的Dy的含量可为0.20wt.%~1.10wt.%,又可为0.32wt.%~0.57wt.%,还可为0.50wt.%。
- [0072] 在所述的制备方法中,所述的Cu的含量可为0.35wt.%~0.68wt.%,又可为0.40wt.%~0.55wt.%,还可为0.50wt.%。
- [0073] 在所述的制备方法中,所述的Zr的含量可为0.25wt.%~0.28wt.%,又可为0.26wt.%。
- [0074] 在所述的制备方法中,所述的Al的含量可为0.15wt.%~0.80wt.%,又可为0.47wt.%~0.72wt.%,还可为0.66wt.%。
- [0075] 在所述的制备方法中,所述的B的含量可为0.93wt.%~0.99wt.%,又可为0.95wt.%~0.98wt.%。
- [0076] 在所述的制备方法中,所述的Ga的含量可为0.02wt.%~0.09wt.%,又可为0.05wt.%。

[0077] 在所述的制备方法中,所述的Ga的含量可为0.28wt.%~1.50wt.%,又可为0.31wt.%~0.45wt.%。

[0078] 除上述的过渡金属外,所述的R-T-B系磁性材料中的T还可包含其他的本领域常规的过渡金属。

[0079] 在所述的制备方法中,所述的T可包含Fe。

[0080] 在所述的制备方法中,当所述的T可包含Fe时,所述的Fe的含量可为65.11wt.%~70.61wt.%,又可为65.33wt.%~66.88wt.%,还可为66.45wt.%、66.61wt.%或66.65wt.%。

[0081] 在所述的制备方法中,所述的T可由Fe、Cu和Zr组成。

[0082] 在所述的制备方法中,所述的R-T-B系磁性材料可由所述的R、所述的Cu、所述的Zr、所述的Al、所述的B、所述的Ga、和、所述的Fe组成。

[0083] 所述的原料可含有不可避免的杂质,例如碳元素。

[0084] 所述的R-T-B系磁性材料可含有不可避免的杂质,例如碳元素。

[0085] 在所述的制备方法中,以重量百分比计,所述的原料的组分如下任一所述:

| 编号 | Nd    | Pr    | Dy   | Tb   | Ho | Fe    | B    | Al   | Ga   | Cu   | Zr   |
|----|-------|-------|------|------|----|-------|------|------|------|------|------|
| 1  | 9.2   | 21.3  | 0    | 0.5  | 0  | 66.65 | 0.93 | 0.8  | 0.02 | 0.4  | 0.2  |
| 2  | 10.2  | 19.8  | 0.2  | 0.7  | 0  | 66.61 | 0.99 | 0.47 | 0.28 | 0.5  | 0.25 |
| 3  | 7.8   | 22.3  | 0.5  | 0.2  | 0  | 66.45 | 0.98 | 0.72 | 0.45 | 0.35 | 0.25 |
| 4  | 12.70 | 15.95 | 0.57 | 0.28 | 0  | 66.88 | 0.98 | 1.52 | 0.31 | 0.55 | 0.26 |
| 5  | 11.50 | 15.00 | 0    | 0.85 | 0  | 70.61 | 0.95 | 0.15 | 0.05 | 0.68 | 0.20 |
| 6  | 13.25 | 18.65 | 1.10 | 0    | 0  | 65.33 | 1.03 | 0    | 0.09 | 0.24 | 0.30 |
| 7  | 10.70 | 19.20 | 0.32 | 0.54 | 0  | 65.11 | 0.90 | 0.66 | 1.50 | 0.80 | 0.28 |

[0087] 表中数字的单位为wt.%。

[0088] 在所述的制备方法中,所述的熔炼可为本领域常规的熔炼。所述的熔炼的温度可为1400-1500℃。所述的熔炼的压力可为 $5 \times 10^{-2}$ Pa。

[0089] 在所述的制备方法中,所述的铸造可为本领域常规的铸造。所述的铸造可在Ar气体中进行。所述的铸造的压力可为5.5万Pa。所述的铸造的冷却速度可为 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒。

[0090] 在所述的制备方法中,所述的制粉可为本领域常规的制粉。所述的制粉的方式可依次为吸氢破碎、微粉碎。所述的制粉后的D50粒径可为3.2~5.0μm。

[0091] 所述的吸氢破碎可为本领域常规的吸氢破碎。所述的吸氢破碎的吸氢温度可为20-25℃。所述的吸氢破碎的吸氢压力可为0.15MPa。所述的吸氢破碎的脱氢温度可为500~550℃。

[0092] 所述的微粉碎可为本领域常规的微粉碎。所述的微粉碎可为气流磨粉碎。所述的气流磨粉碎时的环境可为含氧量为150ppm以下的氮气下。所述的气流磨粉碎时的压力可为0.38MPa。

[0093] 所述的制粉还可加入硬脂酸锌。所述的硬脂酸锌的添加量可为混合后粉末重量的0.12%。

[0094] 在所述的制备方法中,所述的成型可为本领域常规的成型。所述的成型方式可为

磁场成型法。

[0095] 当所述的成型方式可为磁场成型法时,所述的磁场成型可为两次成型。当所述的磁场成型为两次成型时,初次成型时的压力可为 $0.35\text{ton}/\text{cm}^2$ ,第二次成型时的压力可为 $1.3\text{ton}/\text{cm}^2$ 。当所述的磁场成型为两次成型时,初次成型时的磁场强度可为 $1.6\text{T}$ ,第二次成型时无磁场。

[0096] 在所述的制备方法中,所述的烧结可为本领域常规的烧结。所述的烧结可为三次烧结。当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的温度可为 $300^\circ\text{C}$ ,第二次烧结时的温度可为 $600^\circ\text{C}$ ,第三次烧结时的温度可为 $1060^\circ\text{C}\sim 1065^\circ\text{C}$ 。当所述的烧结为三次烧结时,初次烧结时的时间可为1小时,第二次烧结时的时间可为1小时,第三次烧结时的时间可为6小时。

[0097] 在所述的制备方法中,所述的热处理可为本领域常规的热处理。所述的热处理的温度可为 $460^\circ\text{C}\sim 480^\circ\text{C}$ (例如 $470^\circ\text{C}$ )。所述的热处理的时间可为3小时。所述的热处理可在Ar气体中进行。

[0098] 本发明还提供了一种R-T-B系磁性材料,其按照上述的R-T-B系磁性材料的制备方法制备。

[0099] 如无特别说明,权利要求书和说明书中的wt.%具有如下含义:

[0100] 1、原料配方中的wt.%是指某元素相对于所有原料之和的百分比;

[0101] 2、所得材料的元素分析中的wt.%一般是指某元素相对于产品质量的百分比,ICP-OES测出的数据(某元素相对于所有ICP-OES测出的元素之和的百分比)与之接近。

[0102] 在不违背本领域常识的基础上,上述各优选条件,可任意组合,即得本发明各较佳实例。

[0103] 本发明所用试剂和原料均市售可得。

[0104] 本发明的积极进步效果在于:本发明的磁性材料具有较佳的剩磁、矫顽力、温度系数等。

### 具体实施方式

[0105] 下面通过实施例的方式进一步说明本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。下列实施例中未注明具体条件的实验方法,按照常规方法和条件,或按照商品说明书选择。

[0106] 表1实施例的原料配方(表中数字的单位为wt.%)

[0107]

| 实施例编号 | Nd    | Pr    | Dy   | Tb   | Ho | Fe    | B    | Al   | Ga   | Cu   | Zr   | Nb | Co |
|-------|-------|-------|------|------|----|-------|------|------|------|------|------|----|----|
| 1     | 9.2   | 21.3  | 0    | 0.5  | 0  | 66.65 | 0.93 | 0.8  | 0.02 | 0.4  | 0.2  | 0  | 0  |
| 2     | 10.2  | 19.8  | 0.2  | 0.7  | 0  | 66.61 | 0.99 | 0.47 | 0.28 | 0.5  | 0.25 | 0  | 0  |
| 3     | 7.8   | 22.3  | 0.5  | 0.2  | 0  | 66.45 | 0.98 | 0.72 | 0.45 | 0.35 | 0.25 | 0  | 0  |
| 4     | 12.70 | 15.95 | 0.57 | 0.28 | 0  | 66.88 | 0.98 | 1.52 | 0.31 | 0.55 | 0.26 | 0  | 0  |
| 5     | 11.50 | 15.00 | 0    | 0.85 | 0  | 70.61 | 0.95 | 0.15 | 0.05 | 0.68 | 0.20 | 0  | 0  |
| 6     | 13.25 | 18.65 | 1.10 | 0    | 0  | 65.33 | 1.03 | 0    | 0.09 | 0.24 | 0.30 | 0  | 0  |
| 7     | 10.70 | 19.20 | 0.32 | 0.54 | 0  | 65.11 | 0.90 | 0.66 | 1.50 | 0.80 | 0.28 | 0  | 0  |

[0108] 实施例1

[0109] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚

中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}$ Pa的真空中以1400-1500℃,进行真空熔炼。

[0110] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒的冷却速度获得急冷合金。

[0111] (3) 氢破粉碎过程:在20-25℃下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}$ Pa,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力0.15MPa,充分吸氢后,升至500~550℃,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0112] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为0.38MPa的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为3.2~5.0 $\mu$ m。

[0113] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0114] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在0.35ton/cm<sup>2</sup>的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次成形成边长为25mm的立方体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在1.3ton/cm<sup>2</sup>的压力下进行二次成形。

[0115] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}$ Pa的真空中,在300℃和600℃的温度下各保持1小时后,以1060℃的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到0.1MPa后,冷却至室温。

[0116] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以460℃温度进行3小时热处理后,冷却至室温后取出。

[0117] 实施例2

[0118] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}$ Pa的真空中以1400-1500℃,进行真空熔炼。

[0119] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒的冷却速度获得急冷合金。

[0120] (3) 氢破粉碎过程:在20-25℃下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}$ Pa,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力0.15MPa,充分吸氢后,升至500~550℃,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0121] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为0.38MPa的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为3.2~5.0 $\mu$ m。

[0122] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0123] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在0.35ton/cm<sup>2</sup>的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次成形成边长为25mm的立方体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在1.3ton/cm<sup>2</sup>的压力下进行二次成形。

[0124] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}$ Pa的真空中,在300℃和600℃的温度下各保持1小时后,以1065℃的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到0.1MPa后,冷却至室温。

[0125] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以470℃温度进行3小时热处理后,冷却

至室温后取出。

#### [0126] 实施例3

[0127] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}$ Pa的真空中以1400-1500℃,进行真空熔炼。

[0128] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒的冷却速度获得急冷合金。

[0129] (3) 氢破粉碎过程:在20-25℃下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}$ Pa,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力0.15MPa,充分吸氢后,升至500~550℃,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0130] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为0.38MPa的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为3.2~5.0μm。

[0131] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0132] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在 $0.35\text{ton}/\text{cm}^2$ 的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次形成边长为25mm的立方体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在 $1.3\text{ton}/\text{cm}^2$ 的压力下进行二次成形。

[0133] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}$ Pa的真空下,在300℃和600℃的温度下各保持1小时后,以1060℃的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到0.1MPa后,冷却至室温。

[0134] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以480℃温度进行3小时热处理后,冷却至室温后取出。

#### [0135] 实施例4

[0136] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}$ Pa的真空中以1400-1500℃,进行真空熔炼。

[0137] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒的冷却速度获得急冷合金。

[0138] (3) 氢破粉碎过程:在20-25℃下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}$ Pa,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力0.15MPa,充分吸氢后,升至500~550℃,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0139] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为0.38MPa的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为3.2~5.0μm。

[0140] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0141] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在 $0.35\text{ton}/\text{cm}^2$ 的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次形成边长为25mm的立方体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在 $1.3\text{ton}/\text{cm}^2$ 的压力下进行二次成形。

[0142] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}$ Pa的真空下,在300

℃和600℃的温度下各保持1小时后,以1060℃的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到0.1MPa后,冷却至室温。

[0143] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以460℃温度进行3小时热处理后,冷却至室温后取出。

[0144] 实施例5

[0145] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}$ Pa的真空中以1400-1500℃,进行真空熔炼。

[0146] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒的冷却速度获得急冷合金。

[0147] (3) 氢破粉碎过程:在20-25℃下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}$ Pa,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力0.15MPa,充分吸氢后,升至500~550℃,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0148] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为0.38MPa的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为3.2~5.0 $\mu$ m。

[0149] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0150] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在0.35ton/cm<sup>2</sup>的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次成形成边长为25mm的立方体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在1.3ton/cm<sup>2</sup>的压力下进行二次成形。

[0151] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}$ Pa的真空中,在300℃和600℃的温度下各保持1小时后,以1060℃的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到0.1MPa后,冷却至室温。

[0152] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以460℃温度进行3小时热处理后,冷却至室温后取出。

[0153] 实施例6

[0154] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}$ Pa的真空中以1400-1500℃,进行真空熔炼。

[0155] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2$ ℃/秒- $10^4$ ℃/秒的冷却速度获得急冷合金。

[0156] (3) 氢破粉碎过程:在20-25℃下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}$ Pa,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力0.15MPa,充分吸氢后,升至500~550℃,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0157] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为0.38MPa的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为3.2~5.0 $\mu$ m。

[0158] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0159] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在0.35ton/cm<sup>2</sup>的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次成形成边长为25mm的立方

体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在 $1.3\text{ton}/\text{cm}^2$ 的压力下进行二次成形。

[0160] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 的真空下,在 $300^\circ\text{C}$ 和 $600^\circ\text{C}$ 的温度下各保持1小时后,以 $1060^\circ\text{C}$ 的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到 $0.1\text{MPa}$ 后,冷却至室温。

[0161] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以 $460^\circ\text{C}$ 温度进行3小时热处理后,冷却至室温后取出。

[0162] 实施例7

[0163] (1) 熔炼过程:按表1所示的配方,取配制好的原料50-500kg,放入氧化铝制的坩埚中,在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 的真空中以 $1400-1500^\circ\text{C}$ ,进行真空熔炼。

[0164] (2) 铸造过程:在真空熔炼后的熔炼炉中通入Ar气体使气压达到5.5万Pa后,进行铸造,以 $10^2^\circ\text{C}/\text{秒}-10^4^\circ\text{C}/\text{秒}$ 的冷却速度获得急冷合金。

[0165] (3) 氢破粉碎过程:在 $20-25^\circ\text{C}$ 下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空 $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$ ,而后向氢破用炉内通入纯度为99.9%的氢气,维持氢气压力 $0.15\text{MPa}$ ,充分吸氢后,升至 $500\sim 550^\circ\text{C}$ ,充分脱氢,之后进行冷却,取出氢破粉碎后的粉末。

[0166] (4) 微粉碎工序:含量150ppm以下的氮气气氛下,在粉碎室压力为 $0.38\text{MPa}$ 的条件下对氢破粉碎后的粉末进行3小时的气流磨粉碎,得到细粉,D50为 $3.2\sim 5.0\mu\text{m}$ 。

[0167] (5) 在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌,硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的0.12%,再用V型混料机充分混合。

[0168] (6) 磁场成形过程:使用直角取向型的磁场成型机,在1.6T的取向磁场中,在 $0.35\text{ton}/\text{cm}^2$ 的成型压力下,将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次形成边长为25mm的立方体,一次成形后在0.2T的磁场中退磁。为使一次成形后的成形体不接触到空气,用真空袋进行真空密封,再使用二次成形机(等静压成形机)在 $1.3\text{ton}/\text{cm}^2$ 的压力下进行二次成形。

[0169] (7) 烧结过程:将各成形体搬至烧结炉进行烧结,烧结在 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 的真空下,在 $300^\circ\text{C}$ 和 $600^\circ\text{C}$ 的温度下各保持1小时后,以 $1060^\circ\text{C}$ 的温度烧结6小时,之后通入Ar气体使气压达到 $0.1\text{MPa}$ 后,冷却至室温。

[0170] (8) 热处理过程:烧结体在高纯度Ar气中,以 $460^\circ\text{C}$ 温度进行3小时热处理后,冷却至室温后取出。

[0171] 效果实施例1

[0172] 取实施例1~7制得的R-T-B系磁性材料,测定其成分、磁性能。

[0173] (1) 成分测定:各成分使用高频电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)进行测定。成分检测结果如表2所示:

[0174] 表2 ICP测试结果(wt%)

| 实施<br>例编<br>号 | Nd     | Pr     | Dy    | Tb    | Ho | Fe     | B     | Al    | Ga    | Cu    | Zr    | Nb | Co |
|---------------|--------|--------|-------|-------|----|--------|-------|-------|-------|-------|-------|----|----|
| 1             | 9.201  | 21.301 | 0     | 0.501 | 0  | 66.64  | 0.932 | 0.801 | 0.04  | 0.394 | 0.193 | 0  | 0  |
| 2             | 10.192 | 19.795 | 0.201 | 0.692 | 0  | 66.63  | 0.985 | 0.472 | 0.282 | 0.501 | 0.254 | 0  | 0  |
| 3             | 7.795  | 22.294 | 0.492 | 0.201 | 0  | 66.46  | 0.982 | 0.725 | 0.448 | 0.352 | 0.252 | 0  | 0  |
| 4             | 12.684 | 15.968 | 0.569 | 0.276 | 0  | 66.88  | 0.984 | 1.523 | 0.312 | 0.547 | 0.257 | 0  | 0  |
| 5             | 11.562 | 15.002 | 0     | 0.851 | 0  | 70.55  | 0.951 | 0.154 | 0.049 | 0.684 | 0.197 | 0  | 0  |
| 6             | 13.215 | 18.681 | 1.103 | 0     | 0  | 65.336 | 1.032 | 0     | 0.088 | 0.243 | 0.302 | 0  | 0  |
| 7             | 10.694 | 19.218 | 0.321 | 0.536 | 0  | 65.102 | 0.903 | 0.658 | 1.498 | 0.795 | 0.275 | 0  | 0  |

[0176] (2) 磁性能评价:材料使用中国计量院的NIM-10000H型BH大块稀土永磁无损测量系统进行磁性能检测。磁性能检测结果如表3所示:

[0177] 表3磁性能结果

| 实施<br>例编<br>号 | Br (kGs) | Hcj (kOe) | SQ (%) | BHmax<br>(MGoe) | 20-80<br>°C矫顽<br>力温度<br>系<br>数%/°C | 20-150<br>°C矫顽力<br>温度系<br>数%/°C | 20-180<br>°C矫顽力温<br>度系数%/°C |
|---------------|----------|-----------|--------|-----------------|------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|
| 1             | 13.07    | 24.24     | 99.1   | 41.06           | /                                  | 0.508                           | /                           |
| 2             | 13.26    | 25.31     | 98.3   | 42.27           | /                                  | 0.497                           | /                           |
| 3             | 13.01    | 26.89     | 98.6   | 40.69           | /                                  | 0.482                           | /                           |
| 4             | 12.64    | 28.61     | 97.3   | 38.41           | /                                  | 0.464                           | /                           |
| 5             | 14.73    | 19.93     | 98.5   | 52.16           | 0.641                              | /                               | /                           |
| 6             | 13.08    | 21.35     | 98.6   | 41.13           | 0.627                              | /                               | /                           |
| 7             | 12.78    | 34.84     | 98.5   | 39.26           | /                                  | /                               | 0.402                       |

[0179] 说明:温度系数为绝对值。