



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117790157 A

(43) 申请公布日 2024.03.29

(21) 申请号 202211146943.6

(22) 申请日 2022.09.20

(71) 申请人 安泰科技股份有限公司

地址 100081 北京市海淀区学院南路76号

申请人 安泰科技股份有限公司北京空港新材分公司

(72) 发明人 周磊 刘涛 晋治国 喻晓军

(74) 专利代理机构 北京知联天下知识产权代理
事务所(普通合伙) 11594

专利代理师 张迎新

(51) Int. Cl.

H01F 41/02 (2006.01)

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 1/04 (2006.01)

权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法,通过磁控溅射方式在烧结NdFeB磁体表面形成一种结合力好且由非稀土金属、轻稀土金属和重稀土金属组成的复合膜层,随后真空环境下将该磁体加热到600~1000℃,保温2~48h,使膜层内的重稀土、轻稀土和非稀土金属元素在高温下通过晶界向磁体内部扩散,再经420~650℃回火处理1~10h,得到磁性能明显提高且在磁体表面形成一种耐腐蚀性强的NdFeB磁体磁性能。本发明设计的制备方法缩短了制造周期,降低了磁体的制造成本,使得NdFeB磁体具有良好的抗腐蚀能力,具有显著的生产成本优势。

Nd	Tb	Tb	Al
----	----	----	----

1. 一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法,所述方法包括以下步骤:

步骤1):组合靶材的制备,所述组合靶材具有如下化学式 $A_xB_yC_{100-x-y}$;

其中,A为轻稀土金属Nd、Pr、La或Ce,B为重稀土金属Dy、Tb或Ho,C为非稀土金属Al、Cu、Ga、Zn或Sn;x、y为所述组合靶材中各成分的原子百分含量, $x=0-20$ 、 $y=0-80$;制备得到的组合靶材作为阴极;

步骤2):将烧结NdFeB磁体加工成待处理形状,随后进行表面清理及干燥,从而得到表面处理洁净的NdFeB磁体;

步骤3):将所述将表面处理洁净的NdFeB磁体放置在金属板上,整体作为阳极;将阳极和经步骤1)制备得到的阴极置于处理舱内并通入氩气,在阳极和阴极施加直流电,被电离的氩气正离子加速撞击阴极,阴极金属被溅射出,在磁场的作用下定向附着在NdFeB磁体表面,从而形成沉积金属膜;

步骤4):将步骤3)处理得到的附着金属膜的NdFeB磁体放置在真空热处理炉内,在规定条件下发生高温晶界扩散,之后随炉冷却;从而得到扩散后的NdFeB磁体;规定条件为:在 $600\sim 1000^\circ\text{C}$ 保温 $2\sim 48\text{h}$;

步骤5):将步骤4)扩散后的NdFeB磁体进行回火处理,之后进行低温表面微氧化处理并保温,得到性能提高的磁体。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤1)中所述组合靶材中轻稀土金属、重稀土金属和非稀土金属的纯度要求不低于为99.99%。

3. 根据权利要求2所述的方法,其中,步骤1)所述组合靶材中轻稀土金属、重稀土金属和非稀土金属之间通过排布和尺寸控制形成组合靶材,各靶材间物理接触,间隙保持在0.5mm以内。

4. 根据权利要求1-3任一项所述的方法,其中,所述组合靶材为 $\text{Nd}_{10}\text{Tb}_{80}\text{Cu}_{10}$ 、 $\text{Nd}_{10}\text{Dy}_{80}\text{Cu}_{10}$ 、 $\text{Nd}_{15}\text{Tb}_{80}\text{Al}_5$ 或 $\text{Nd}_{15}\text{Dy}_{80}\text{Al}_5$ 。

5. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤2)中所述表面清理的过程为:

将NdFeB磁体放入除油槽中浸泡10-15min去除磁体表面的油污;然后依次经第一次水洗、酸洗、第二次水洗及超声波处理,最后风干NdFeB磁体表面。

6. 根据权利要求5所述的方法,其中,所述酸洗的时间为20-45s,所述超声波处理的时间为20-45s。

7. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤2)中将烧结NdFeB磁体加工成待处理形状,其取向方向控制在1-20mm厚度。

8. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤3)中,将处理舱的真空度抽到 10^{-2}Pa ,然后通入氩气至 10^{-1}Pa ,在阳极和阴极施加32.5A、480V的直流电。

9. 根据权利要求1或8所述的方法,其中,步骤3)中沉积金属膜膜厚为 $2-40\mu\text{m}$ 。

10. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤4)中,真空热处理炉内的真空度小于 10^{-3}Pa ,随炉冷却至不高于 50°C 。

11. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤5)中,回火处理条件为:回火温度为 $420-650^\circ\text{C}$;回火处理时间为1-10h,之后按照 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率降温至 $320-380^\circ\text{C}$ 。

12. 根据权利要求11所述的方法,其中,步骤5)中,低温表面微氧化处理并保温的条件为:降温至 $320-380^\circ\text{C}$ 后,通入氧体积含量为1-6%和氮气体积含量为94-99%的混合气体,

保温30-100min。

一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于稀土永磁材料技术领域,特别涉及一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法。

背景技术

[0002] 钕铁硼永磁材料广泛应用于混合动力汽车、风力发电、节能电机和变频空调等领域中,这些领域要求磁体长时间在高温下工作,稀土永磁体应具有更高的内禀矫顽力 $H_c j$ 。传统的提高NdFeB(钕铁硼)烧结磁体 $H_c j$ 的一种有效方法是通过重稀土元素如Dy(镝)、Tb(铽)取代磁体主相 $Nd_2Fe_{14}B$ 中的Nd,形成 $(Nd,Dy)_2Fe_{14}B$, $(Nd,Dy)_2Fe_{14}B$ 的各向异性强于 $Nd_2Fe_{14}B$;因而,磁体的 $H_c j$ 得到显著提高;但这些重稀土元素资源稀缺、价格昂贵。另一方面,Nd和Fe的磁矩是平行排列,而Dy与Fe则是反平行排列。因而,磁体的剩磁 B_r (剩余磁化强度)及最大磁能积 $(BH)_{max}$ 都会降低。

[0003] 目前国内外对利用晶界扩散的原理进行磁体性能提高的研究已进行了十多年。晶界扩散处理技术主要采用涂覆、沉积、镀覆、溅射、粘覆等方式,使金属粉末(Dy、Tb或其它稀土元素)或化合物附着在磁体外表面,通过热处理使金属粉末或化合物经晶界扩散到烧结磁体主相内,这种晶界扩散技术对烧结NdFeB磁体的成分、微观组织和磁性能都有显著的影响。

[0004] 近些年,相关研究多种将稀土元素从磁体表面扩散到基体内部的工艺。这种工艺方法使渗透的稀土元素沿着晶界以及主相晶粒表面区域,使得稀土元素能择优分布,不仅提高了矫顽力,还节约了贵重稀土的使用量,使剩磁及磁能积没有明显降低,从而在一定程度上解决了晶界扩散技术对烧结NdFeB磁体磁性能的影响。但是,大批量生产中该工艺应用蒸镀或溅射方法效率较低,蒸镀过程中大量稀土金属散布在加热炉腔室内,造成了重稀土金属的不必要浪费。而在表面涂覆稀土氧化物或氟化物加热扩散则存在矫顽力提高受限的问题。

发明内容

[0005] 为克服现有检测方法的不足,本发明采用组合方式的阴极靶材,通过磁控溅射方式在烧结NdFeB磁体表面形成一种结合力好且由非稀土金属、轻稀土金属和重稀土金属组成的复合膜层,随后真空环境下将该磁体加热到 $600 \sim 1000^\circ\text{C}$,保温 $2 \sim 48\text{h}$,使膜层内的重稀土、轻稀土和非稀土金属元素在高温下通过晶界向磁体内部扩散,再经 $420 \sim 650^\circ\text{C}$ 回火处理 $1 \sim 10\text{h}$,得到磁性能明显提高且在磁体表面形成一种耐腐蚀性强的NdFeB磁体磁性能。

[0006] 本发明采用的技术方案具体如下:一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0007] 步骤1):组合靶材的制备,所述组合靶材具有如下化学式 $A_xB_yC_{100-x-y}$;

[0008] 其中,A为轻稀土金属Nd、Pr、La或Ce,B为重稀土金属Dy、Tb或Ho,C为非稀土金属Al、Cu、Ga、Zn或Sn; x 、 y 为所述组合靶材中各成分的原子百分含量, $x=0-20$ 、 $y=0-80$;制备

得到的组合靶材作为阴极；

[0009] 步骤2)：将烧结NdFeB磁体加工成待处理形状，随后进行表面清理及干燥，从而得到表面处理洁净的NdFeB磁体；

[0010] 步骤3)：将所述将表面处理洁净的NdFeB磁体放置在金属板上，整体作为阳极；将阳极和经步骤1)制备得到的阴极置于处理舱内并通入氩气，在阳极和阴极施加直流电，被电离的氩气正离子加速撞击阴极，阴极金属被溅射出，在磁场的作用下定向附着在NdFeB磁体表面，从而形成沉积金属膜；

[0011] 步骤4)：将步骤3)处理得到的附着金属膜的NdFeB磁体放置在真空热处理炉内，在规定条件下发生高温晶界扩散，之后随炉冷却；从而得到扩散后的NdFeB磁体；规定条件为：在600~1000℃保温2~48h；

[0012] 步骤5)：将步骤4)扩散后的NdFeB磁体进行回火处理，之后进行低温表面微氧化处理并保温，得到性能提高的磁体。

[0013] 进一步地，步骤1)中所述组合靶材中轻稀土金属、重稀土金属和非稀土金属的纯度要求不低于为99.99%。

[0014] 进一步地，步骤1)所述组合靶材中轻稀土金属、重稀土金属和非稀土金属之间通过排布和尺寸控制形成组合靶材，各靶材间物理接触，间隙保持在0.5mm以内。

[0015] 进一步地，所述组合靶材为Nd₁₀Tb₈₀Cu₁₀、Nd₁₀Dy₈₀Cu₁₀、Nd₁₅Tb₈₀Al₅或Nd₁₅Dy₈₀Al₅。

[0016] 进一步地，步骤2)中所述表面清理的过程为：

[0017] 将NdFeB磁体放入除油槽中浸泡10-15min去除磁体表面的油污；然后依次经第一次水洗、酸洗、第二次水洗及超声波处理，最后风干NdFeB磁体表面。

[0018] 进一步地，所述酸洗的时间为20-45s，所述超声波处理的时间为20-45s。

[0019] 进一步地，步骤2)中将烧结NdFeB磁体加工成待处理形状，其取向方向控制在1-20mm厚度。

[0020] 进一步地，步骤3)中，将处理舱的真空度抽到10⁻²Pa，然后通入氩气至10⁻¹Pa，在阳极和阴极施加32.5A、480V的直流电。

[0021] 进一步地，步骤3)中沉积金属膜膜厚为2-40μm。

[0022] 进一步地，步骤4)中，真空热处理炉内的真空度小于10⁻³Pa，随炉冷却至不高于50℃。

[0023] 进一步地，步骤5)中，回火处理条件为：回火温度为420-650℃；回火处理时间为1-10h，之后按照5℃/min的速率降温至320-380℃。

[0024] 进一步地，步骤5)中，低温表面微氧化处理并保温的条件为：降温至320-380℃后，通入氧体积含量为1-6%和氮气体积含量为94-99%的混合气体，保温30-100min。

[0025] 本发明采用组合靶材磁控溅射的方法，在磁体表面形成多层多种类金属组合附着层；组合的表面附着层在高温晶界扩散、中温时效处理和低温表面微氧化处理后，磁体磁性能的提升效果显著。同时，在磁体表面生成一种高防护能力的保护层，实现磁体自防护，无需在磁体外添加新的防护层膜。另外，本发明设计的制备方法缩短了制造周期，降低了磁体的制造成本，使得NdFeB磁体具有良好的抗腐蚀能力，具有显著的生产成本优势。

[0026] 本发明的其它特征和优点将在随后的说明书中阐述，并且，部分地从说明书中变得显而易见，或者通过实施本发明而了解。本发明的目的和其他优点可通过在说明书、权利

要求书以及附图中所指出的结构来实现和获得。

附图说明

[0027] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作一简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0028] 图1示出了本发明实施例中Nd₁₅Tb₈₀Al₅组合靶材设置方式的示意图;

[0029] 图2示出了本发明实施例中Nd₁₅Dy₈₀Al₅组合靶材设置方式的示意图;

[0030] 图3示出了本发明实施例中Nd₁₀Tb₈₀Cu₁₀组合靶材设置方式的示意图;

[0031] 图4示出了本发明实施例中Nd₁₀Dy₈₀Cu₁₀组合靶材设置方式的示意图。

具体实施方式

[0032] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地说明,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0033] 以下方法中使用的待处理的NdFeB磁体均为烧结NdFeB磁体,各实施例中使用的均为同一批次、同一牌号的烧结NdFeB磁体。

[0034] 本发明设计的一种高性能自防护稀土永磁材料的制备方法,主要制备组合靶材、烧结磁体NdFeB表面清理、高温晶界扩散、中温时效处理和低温表面微氧化处理等步骤,具体通过磁控溅射的组合式阴极靶材的方法将重稀土、非稀土金属等附着在NdFeB磁体表面,随后在高温处理时重稀土元素通过晶界扩散优化了磁体微结构,并提高了NdFeB磁体晶粒的外延层的抗退磁能力,从而提高NdFeB磁体的矫顽力特性。该方法不仅实现了稀土元素在制备过程中的高效利用,提高了磁体的磁性能;同时,在磁体表面生成一种高防护能力的保护层,实现磁体自防护,无需在磁体外添加新的防护层膜。

[0035] 实施例1

[0036] 1)、制备Nd₁₅Tb₈₀Al₅组合靶材:组合靶材的设置方式如图1所示,组合靶材为纯金属靶材的组合,其中,轻稀土金属Nd占比为15%(原子百分含量),重稀土金属Tb占比80%(原子百分含量),非稀土金属Al占比5%(原子百分含量)。图1中,重稀土金属Tb设置在中间且有两份,轻稀土金属Nd和非稀土金属Al设置在两侧,轻稀土金属Nd与重稀土金属Tb、重稀土金属Tb与重稀土金属Tb、重稀土金属Tb与非稀土金属Al之间通过排布和尺寸控制形成组合靶材,各靶材间物理接触,间隙保持在0.5mm以内。需要注意的是,轻稀土金属Nd、重稀土金属Tb和非稀土金属Al的金属纯度要求为99.99%,在粘接之前要将其烘干、保持表面洁净。按照图1所示的结构制备而成的Nd₁₅Tb₈₀Al₅组合靶材作为阴极。

[0037] 2)、将烧结NdFeB磁体机械加工成待处理形状(规格为20*15*2mm),其中取向方向控制在2mm厚度,随后进入清理表面程序。清理表面程序为:将磁体放入除油槽中浸泡10min以去除磁体表面的油污;之后用清水洗净表面后用质量浓度为0.4wt%的稀HNO₃酸洗20s,再经过水洗及超声波处理20s后,采用强风快速干燥磁体表面,得到表面处理洁净的NdFeB

磁体。

[0038] 3)、将步骤2) 表面处理洁净的NdFeB磁体放置在金属板上,整体作为阳极;整个阳极和经步骤1) 得到的阴极置于处理舱内,利用机械泵、分子泵等将处理舱的真空度抽到压力为 10^{-2} Pa,然后通入氩气至压力为 10^{-1} Pa,在阳极和阴极均施加32.5A、480V的直流电,从而在阴极和阳极间放电。被电离的气体的正离子加速撞击阴极,阴极金属被溅射出,在磁场的作用下定向附着在NdFeB磁体表面,从而形成沉积金属膜。NdFeB磁体表面均匀沉积一层富含稀土和纯金属的膜(即NdTb和Al组成的金属膜),膜厚约 $12\mu\text{m}$ 。

[0039] 4)、将步骤3) 制备的附着金属膜的NdFeB磁体放置在真空热处理炉内,真空热处理炉内的真空度应小于 10^{-3} Pa,在 935°C 条件下保温10h,使膜层内的重稀土、轻稀土和非稀土金属元素在高温下通过晶界向磁体内部扩散;随后降温冷却至不高于 50°C 。

[0040] 5)、将步骤4) 扩散后的NdFeB磁体装入料盒,单层摆放,放入真空烧结炉内进行回火处理,真空烧结炉内真空度为 10^{-2} pa,回火处理温度为 490°C ,保温4h;之后按照 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降温至 380°C ,进行低温表面微氧化处理;低温表面微氧化处理条件为:通入含氧体积含量为3%和氮气体积含量为97%的混合气体,保温50min,得到具有良好抗腐蚀能力和磁性能显著提高的磁体。

[0041] 实施例1处理前后磁体性能变化如表1所示,其矫顽力提高12000e,剩磁稍有降低,降低了165Gs,24h失重性能从 $5\text{mg}/\text{cm}^2$ 降低至 $0.8\text{mg}/\text{cm}^2$ 。

[0042] 实施例2

[0043] 1)、制备 $\text{Nd}_{15}\text{Dy}_{80}\text{Al}_5$ 组合靶材:组合靶材的设置方式如图2所示,组合靶材为纯金属靶材的组合,其中,轻稀土金属Nd占比为15%(原子百分含量),重稀土金属Dy占比80%(原子百分含量),非稀土金属Al占比5%(原子分含量)。组合靶材的制备过程同实施例1,在此不再赘述。需要注意的是,轻稀土金属Nd、重稀土金属Tb和非稀土金属Al的金属纯度要求为99.99%,在粘接之前要将其烘干、保持表面洁净。按照图2所示的结构制备而成的 $\text{Nd}_{15}\text{Tb}_{80}\text{Al}_5$ 组合靶材作为阴极。

[0044] 2)、将烧结NdFeB磁体机械加工成待处理形状(规格为 $25*15*3\text{mm}$),其中取向方向为3mm厚度,随后进入清理表面程序。清理表面程序如下:将磁体放入除油槽中浸泡10min以去除磁体表面的油污。用清水洗净表面后用质量浓度为0.4wt%稀 HNO_3 酸洗20s,再经过水洗及超声波处理20s后,采用强风快速干燥磁体表面,得到表面处理洁净的NdFeB磁体。

[0045] 3)、将步骤2) 表面处理洁净的NdFeB磁体放置在金属板上,整体作为阳极;整个阳极和经步骤1) 处理得到的阴极置于处理舱内,利用机械泵、分子泵等将处理舱的真空度抽到 10^{-2} Pa,然后通入氩气至 10^{-1} Pa,在阳极和阴极施加32.5A、480V的直流电,从而阴极和阳极间放电,被电离的气体的正离子加速撞击阴极,阴极金属被溅射出,在磁场的作用下定向附着在NdFeB磁体表面,从而形成沉积金属膜。NdFeB磁体表面均匀沉积一层富含稀土和纯金属的膜(即NdDy和Al组成的金属膜),膜厚约 $18\mu\text{m}$ 。

[0046] 4)、将步骤3) 处理得到的附着金属膜的NdFeB磁体放置在真空热处理炉内,真空度应小于 10^{-3} Pa,在 940°C 保温10h,使膜层内的重稀土、轻稀土和非稀土金属元素在高温下通过晶界向磁体内部扩散;随炉冷却至不高于 50°C 。

[0047] 5)、将步骤4) 扩散后的NdFeB磁体装入料盒,单层摆放,放入真空烧结炉内进行回火处理,真空烧结炉内的真空度 10^{-2} pa,回火处理温度为 490°C ,保温4h;之后按照 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 降

温至380℃,进行低温表面微氧化处理;低温表面微氧化处理条件为:通入含氧体积含量为3%和氮气体积含量为97%的混合气体,保温50min,得到具有良好抗腐蚀能力和磁性能显著提高的磁体。

[0048] 实施例2处理前后磁体性能变化如表1所示,其矫顽力提高7500e,剩磁稍有降低,降低了175Gs,24h失重性能从5mg/cm²降低至1.2mg/cm²。

[0049] 实施例3

[0050] 1)、制备Nd₁₀Tb₈₀Cu₁₀组合靶材:组合靶材的设置方式如图3所示,组合靶材为纯金属靶材的组合,其中,轻稀土金属Nd占比为10%(原子百分含量),重稀土金属Tb占比80%(原子百分含量),非稀土金属Cu占比10%(原子分含量)。图3中,轻稀土金属Nd、重稀土金属Tb间隔设置在左侧且有两份,非稀土金属Cu设置右侧且仅有一份,轻稀土金属Nd与重稀土金属Tb之间、重稀土金属Tb与非稀土金属Cu之间通过排布和尺寸控制形成组合靶材,各靶材间物理接触,间隙保持在0.5mm以内。需要注意的是,轻稀土金属Nd、重稀土金属Tb和非稀土金属Cu的金属纯度要求为99.99%,在粘接之前要将其烘干、保持表面洁净。按照图3所示的结构制备而成的Nd₁₀Tb₈₀Cu₁₀组合靶材作为阴极。

[0051] 2)、将烧结NdFeB磁体机械加工成待处理形状(规格为25*15*5mm),其中取向方向为5mm厚度,随后进入清理表面程序。清理表面程序如下:将磁体放入除油槽中浸泡10min以去除磁体表面的油污。用清水洗净表面后用质量浓度为0.4wt%稀HNO₃酸洗35s,再经过水洗及超声波处理35s后,采用强风快速干燥磁体表面,得到表面处理洁净的NdFeB磁体。

[0052] 3)、将步骤2)表面处理洁净的NdFeB磁体放置在金属板上,整体作为阳极;整个阳极和经步骤1)制备得到的阴极置于处理舱内,利用机械泵、分子泵等将处理舱的真空度抽到10⁻²Pa,然后通入氩气至10⁻¹Pa,在阳极和阴极施加32.5A、480V的直流电,从而阴极和阳极间放电,被电离的气体的正离子加速撞击阴极,阴极金属被溅射出,在磁场的作用下定向附着在NdFeB磁体表面,从而形成沉积金属膜。NdFeB磁体表面均匀沉积一层富含稀土和纯金属的膜(即NdTb和Cu组成的金属膜),膜厚约30μm。

[0053] 4)、将步骤3)处理得到的附着金属膜的磁体放置在真空热处理炉内,真空度应小于10⁻³Pa,在940℃保温25h,使膜层内的重稀土、轻稀土和非稀土金属元素在高温下通过晶界向磁体内部扩散;随炉冷却至不高于50℃。

[0054] 5)、将步骤4)扩散后的NdFeB磁体装入料盒,单层摆放,放入真空烧结炉内进行回火处理,真空烧结炉内的真空度10⁻²pa,回火处理温度为490℃,保温5h;按照5℃/min降温至380℃,进行低温表面微氧化处理;低温表面微氧化处理条件为:通入含氧体积含量3%和氮气体积含量为97%的混合气体,保温70min,得到具有良好抗腐蚀能力和磁性能显著提高的磁体。

[0055] 实施例3处理前后磁体性能变化如表1所示,其矫顽力提高11000e,剩磁稍有降低,降低了170Gs,24h;24h失重性能从5mg/cm²降低至0.82mg/cm²。

[0056] 实施例4

[0057] 1)、制备Nd₁₀Dy₈₀Cu₁₀组合靶材:组合靶材的设置方式如图4所示,组合靶材为纯金属靶材的组合,其中,轻稀土金属Nd占比为10%(原子百分含量),重稀土金属Dy占比80%(原子百分含量),非稀土金属Cu占比10%(原子分含量)。组合靶材的制备过程同实施例3,在此不再赘述。需要注意的是,轻稀土金属Nd、重稀土金属Tb和非稀土金属Cu的金属纯度要

求为99.99%，在粘接之前要将其烘干、保持表面洁净。按照图4所示的结构制备而成的Nd₁₀Tb₈₀Cu₁₀组合靶材作为阴极。

[0058] 2)、将烧结NdFeB磁体机械加工成待处理形状(规格为25*15*3mm)，其中取向方向为5mm厚度，随后进入清理表面程序。清理表面程序如下：将磁体放入除油槽中浸泡10min以去除磁体表面的油污。用清水洗净表面后用质量浓度为0.4wt%稀HNO₃酸洗30s，再经过水洗及超声波处理30s后，采用强风快速干燥磁体表面，得到表面处理洁净的NdFeB磁体。

[0059] 3)、将步骤2)表面处理洁净的NdFeB磁体放置在金属板上，整体作为阳极；整个阳极和经步骤1)制备得到阴极置于处理舱内，利用机械泵、分子泵等将处理舱的真空度抽到10⁻²Pa，然后通入氩气至10⁻¹Pa，在阳极和阴极施加32.5A、480V的直流电，从而阴极和阳极间放电，被电离的气体的正离子加速撞击阴极，阴极金属被溅射出，在磁场的作用下定向附着在NdFeB磁体表面，从而形成沉积金属膜。NdFeB磁体表面均匀沉积一层富含稀土和纯金属的膜(即NdDy和Cu组成的金属膜)，膜厚约30μm。

[0060] 4)、将步骤3)处理得到的附着金属膜的磁体放置在真空热处理炉内，真空度应小于10⁻³Pa，在920℃保温25h，使膜层内的重稀土、轻稀土和非稀土金属元素在高温下通过晶界向磁体内部扩散；随炉冷却至不高于50℃。

[0061] 5)、将步骤4)扩散后的NdFeB磁体装入料盒，单层摆放，放入真空烧结炉内进行回火处理，真空烧结炉内的真空度10⁻²pa，回火处理温度为490℃，保温5h；之后按照5℃/min降温至380℃，进行低温表面微氧化处理；低温表面微氧化处理条件为：通入含氧体积含量为3%和氮气体积含量为97%的混合气体，保温70min，得到具有良好抗腐蚀能力和磁性能显著提高的磁体。

[0062] 实施例4处理前后磁体性能变化如表1所示，其矫顽力提高85000e，剩磁降低了170Gs，24h失重性能从5mg/cm²降低至1.29mg/cm²。

[0063] 表1实施例1-4处理前后磁体性能变化数据

[0064] 实施 例号	永磁体 规格	矫顽力 (kO e)		剩磁 (kG s)		24h 失重 (mg/cm ²)	
		处理前	处理后	处理前	处理后	处理前	处理后
实施例 1	20*15*2mm	17.74	29.74	13.96	13.795	5	0.8
实施例 2	25*15*3mm	17.83	25.33	13.81	13.635	5	1.2
[0065] 实施例 3	25*15*5mm	13.28	24.28	13.32	13.15	5	0.82
实施例 4	25*15*3mm	13.18	21.68	13.31	13.14	5	1.29

[0066] 通过本发明设计的制备方法，磁体矫顽力可提高30-90%，剩磁降低1-2%，同等性能磁体可节约重稀土使用量30-50%，能够得到磁性能明显提高且在磁体表面形成一种耐腐蚀性强的NdFeB磁体磁性能。

[0067] 尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明，本领域的普通技术人员应当理解：其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改，或者对其中部分技术特征进行等同替换；而这些修改或者替换，并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。

Nd	Tb	Tb	Al
----	----	----	----

图1

Nd	Dy	Dy	Al
----	-----------	-----------	----

图2

Nd	Tb	Nd	Tb	Cu
----	----	----	----	----

图3

Nd	Dy	Nd	Dy	Cu
----	----	----	----	----

图4