



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103205543 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 17

(21) 申请号 201310160444. 7

(22) 申请日 2013. 05. 05

(71) 申请人 沈阳中北真空磁电科技有限公司  
地址 110168 辽宁省沈阳市近海经济区近海  
大街 19 号

(72) 发明人 孙昊天

(51) Int. Cl.

*C21D 1/773* (2006. 01)

*C22C 38/00* (2006. 01)

*H01F 1/057* (2006. 01)

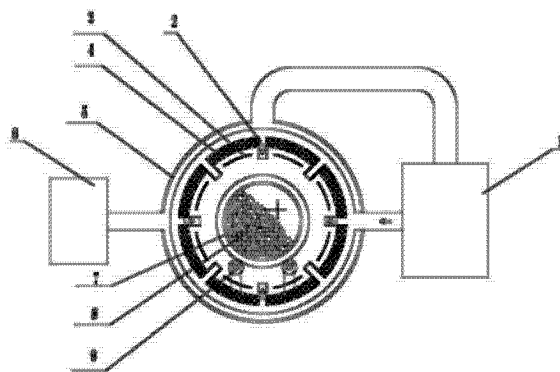
权利要求书2页 说明书9页 附图4页

(54) 发明名称

一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法和设备

(57) 摘要

本发明公开了一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法和设备,采用旋转式真空热处理设备对稀土永磁器件进行真空热处理,明显提高了稀土永磁器件的磁性能,尤其是矫顽力得到显著提高,有利于减少重稀土的用量,保护稀缺资源,适合于生产高性能的稀土永磁器件。



1. 一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:将钕铁硼稀土永磁器件装入旋转式真空热处理设备的旋转滚筒内进行热处理,同时装入球和含有稀土成分的颗粒;抽真空后开始加热并转动旋转滚筒,滚筒或者单方向旋转或者两方向交替旋转,达到保温温度后开始保温,保温结束后对旋转滚筒和筒内的工件进行冷却。

2. 根据权利要求1所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:所述的真空热处理的真空度控制在5Pa至 $5 \times 10^{-3}$ Pa范围内,保温温度在600-1000℃范围内,保温时间0.5-20小时,保温后用氩气冷却,冷却后再升温到400-700℃范围内,保温0.5-12小时后用氩气冷却。

3. 根据权利要求1所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:所述的真空热处理工序前还进行熔炼、粗碎、制粉、烧结、加工工序;所述的真空热处理后再选择进行磨削、倒角、喷砂、电镀、电泳、喷涂、真空镀膜等后处理。

4. 根据权利要求1或3所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:所述的熔炼工序为在真空或保护气氛下,通过真空感应加热原料被熔化成合金,在熔融状态下将合金浇铸到带水冷却的旋转的冷却辊上冷却,形成合金片,离开冷却辊的合金片落入到旋转的滚筒或转盘内对合金片进行再冷却。

5. 根据权利要求1或3所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:所述的粗碎是将合金锭或合金片装入旋转滚筒内,抽真空后充入氢气让合金吸氢,吸氢饱和后停止充入氢气,保持10分钟以上开始抽真空,然后开始加热并旋转滚筒进行脱氢,脱氢在真空下进行,脱氢温度600-900℃,脱氢后对滚筒冷却。

6. 根据权利要求1或3所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:所述制粉为气流磨制粉,粉末通过旋风收集器收集,随旋风收集器中气体排出的粒径小于 $1 \mu\text{m}$ 的细粉收集在旋风收集器之后的细粉收集器或过滤器中,之后将两种粉末混合;气流磨的磨室内气体的氧含量在50ppm以内。

7. 根据权利要求1或3所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:所述的成型为保护气氛磁场成型,成型温度低于5℃,保护箱内的氧含量低于200ppm。

8. 根据权利要求1或3所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法,其特征在于:烧结后先进行时效处理,然后再进行机械加工和所述的真空热处理等后续工序。

9. 根据权利要求1所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的热处理方法,其特征在于:所述真空热处理中加热、保温和冷却可进行一次以上,冷却方法为气体冷却。

10. 一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理设备,主要由真空机组、气体冷却装置、真空炉体组成,其特征在于:真空炉体内设置有保温层,保温层内设置有加热器,加热器内设置有旋转的滚筒;所述的旋转滚筒或者是一个或者一个以上。

11. 根据权利要求10所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理设备,其特征在于:所述的旋转滚筒内设计有筋板,滚筒内放有许多小球和含有稀土成分的颗粒。

12. 根据权利要求10所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理设备,其特征在于:所述的旋转滚筒支撑在支撑滚轮上,通过支撑滚轮带动旋转滚筒旋转。

13. 根据权利要求10所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理设备,其特征在于:所述的旋转滚筒端部设置有滚筒轴,旋转滚筒支撑在端部的滚筒轴上,通过滚筒轴带动滚筒旋转。

14. 根据权利要求 10 所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理设备,其特征在于:所述的旋转滚筒端部设置有滚筒轴,旋转滚筒支撑在支撑滚轮上,通过滚筒轴带动滚筒旋转。

15. 根据权利要求 10 所述的一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理设备,其特征在于:所述的保温层上设置有喷嘴,喷嘴与气体冷却装置的气路相通,冷却气体通过喷嘴喷向旋转滚筒。

## 一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法和设备

### 技术领域

[0001] 本发明属于永磁器件领域，特别是涉及一种钕铁硼稀土永磁器件的真空热处理方法和所用的旋转式真空热处理设备。

### 背景技术

[0002] 钕铁硼稀土永磁材料，以其优良的磁性能得到越来越多的应用，被广泛用于医疗的核磁共振成像，计算机硬盘驱动器，音响、手机等；随着节能和低碳经济的要求，钕铁硼稀土永磁材料又开始在汽车零部件、家用电器、节能和控制电机、混合动力汽车，风力发电等领域应用。

[0003] 1982年日本住友特殊金属公司首先公开了钕铁硼稀土永磁材料的日本专利1,622,492和2,137,496，随即申请了美国专利和欧洲专利，公布了钕铁硼稀土永磁材料的特性、成分和制造方法，确认了主相： $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相，晶界相：富Nd相、富B相和稀土氧化物杂质。

[0004] 2007年4月1日日本日立金属与日本住友金属合并，并且继承了住友金属的钕铁硼稀土永磁体的专利许可的权利与义务。2012年8月17日，日立金属为了向美国国际贸易委员会（ITC）提出诉讼，提出其拥有在美国申请的US6,461,565；US6,491,765；US6,537,385；US6,527,874专利。

### 发明内容

[0005] 随着钕铁硼稀土永磁材料的应用市场的扩大，稀土资源短缺的问题越来越严重，尤其在电子元器件、节能和控制电机、汽车零部件、新能源汽车、风力发电等领域的应用，需要更多的重稀土以提高矫顽力。因此，如何减少稀土的使用，尤其是重稀土的使用，是摆在我们面前的重要课题。经过探索，我们发现了一种高性能钕铁硼稀土永磁器件制造方法。

[0006] 本发明通过以下技术方案实现：

一种钕铁硼稀土永磁器件，其合金由R-Fe-B-M组成：

其中R代表稀土元素中的一种或多种；

Fe代表元素Fe；

B代表元素B；

M代表元素Al、Co、Nb、Ga、Zr、Cu、V、Ti、Cr、Ni、Hf元素中的一种或多种；

钕铁硼稀土永磁器件的制造方法如下：

#### 1、合金的熔炼

合金的熔炼方法采用铸锭工艺，所述的铸锭工艺是指钕铁硼稀土永磁合金原料在真空或保护气氛下加热熔化成熔融状态下的合金，然后在真空或保护气氛下浇铸到水冷铸模中形成合金铸锭。一种改进技术的铸锭工艺是浇铸时通过铸模移动或转动，实现铸锭厚度1-20mm；改进的合金熔炼方法采用真空速凝工艺，所述的真空速凝工艺，首先加热熔合金，然后将熔融的合金液通过中间包浇铸到带水冷却的旋转辊上，熔融合金经过旋转辊冷

却后形成合金片,旋转辊的冷却速度在 100-1000℃ /S,冷却后的合金片温度 550-400℃ ;进一步的改进方法是合金片离开旋转铜辊后随即落到旋转滚筒内,对合金片进行二次冷却 ;另一种改进方法是合金片离开旋转铜辊后随即落到转盘上进行二次冷却 ,转盘位于铜辊的下方,在转盘的上方设置有带换热器的惰性气体冷却装置和机械搅拌装置。再进一步的改进方法是合金片在离开旋转铜辊后和二次冷却前在二次冷却装置内保温,保温时间一般在 10-120 分钟,保温温度 550-400℃ 。

### [0007] 2、合金的粗碎

合金的粗碎主要有机械破碎和氢破碎两种方法,机械破碎是将熔炼后的合金铸锭在氮气保护下用颚式破碎机、锤式破碎机、球磨机、棒磨机、盘磨机等制粉设备将合金铸锭破碎成粒径小于 5mm 的颗粒 ;合金片一般不用颚式破碎机、锤式破碎机破碎,直接在氮气保护下用球磨机、棒磨机、盘磨机等制粉设备将前序的粗颗粒磨成粒径小于 5mm 的细颗粒。

[0008] 本工序的另一种生产方法是氢破碎,首先将前序的合金片或合金锭装入真空氢碎炉,抽真空后充入氢气让真空氢碎炉内的合金吸氢,吸氢温度一般小于 200℃ ,吸氢压力一般 50-200KPa,吸氢完成后,再抽真空和加热脱氢,脱氢温度一般在 600-900℃ ,脱氢后进行粉末冷却,冷却在真空或保护气氛下进行,保护气氛一般用氩气。

[0009] 一种改进技术的氢破碎制造方法是将合金锭或合金片装入旋转滚筒内,抽真空后充入氢气让合金吸氢,吸氢饱和后停止充入氢气,保持 10 分钟以上开始抽真空,然后开始加热并旋转滚筒进行脱氢,脱氢在真空下进行,脱氢温度 600-900℃ ,脱氢后对滚筒冷却。

[0010] 另一种改进技术的氢破碎制造方法是一种稀土永磁合金氢破连续生产方法和设备,设备是由吸氢室、加热脱氢室、冷却室、室间隔离阀门、料盒、传动装置和抽真空装置组成 ;吸氢室、加热脱氢室和冷却室间分别通过室间隔离阀门连接,所述传动装置设置在吸氢室、加热脱氢室和冷却室的上部,料盒悬挂在传动装置上,沿传动装置依次经吸氢室、加热脱氢室和冷却室滚动输送 ;工作时,先把合金锭或合金片装入吊着的料筐,顺序送入吸氢室、加热脱氢室、冷却室进行吸氢、加热脱氢和冷却,然后在真空或保护气氛下将合金装入储料罐。

### [0011] 3、合金粉末的制造

合金粉末的制造采用气流磨制粉,气流磨主要由加料器、下部装有喷嘴和上部装有分选轮的磨室、控制磨室内粉料重量和加料速度的称重系统、旋风收集器、粉末过滤器、气体压缩机等组成,工作气体一般选用氮气,压缩气体压力 0.6-0.8MPa ;工作时,首先将前序的粉末装入气流磨的加料器,在称重系统的控制下将粉末加入到磨室,利用喷嘴喷射的高速气流进行磨削,磨削后的粉末随气流上升,达到制粉要求的粉末通过分选轮进入旋风收集器收集,未达到制粉要求的粗粉在离心力的作用下返回到磨室下部继续磨削 ;进入旋风收料器的粉末作为成品收集在旋风收集器下部的收料器中,由于旋风收集器不能把全部粉末收集,少量的细粉会随着气流排出,这部分细粉用粉末用过滤器过滤,收集在过滤器下部的细粉收集器中。一般细粉的比例低于粉末重量的 15%,粒径小于 1 μ m,这部分粉末的稀土含量高于粉末的平均稀土含量,非常容易氧化,一般作为废粉扔掉 ;一种改进气流磨技术是通过控制气氛中的氧含量低于 50ppm 将这部分细粉与旋风收集器收集的粉末一起加入到二维或三维混料机进行混料,然后在保护气氛下磁场成型 ;一般混料时间 30 分钟以上,气氛中的氧含量低于 50ppm ;进一步改进的气流磨技术是在旋风收机器和过滤器之间增设了细

粉收集器,收集旋风收集器中随气流排出的细粉,一般能收集到 10% 左右的细粉,这部分细粉同样与旋风收集器收集的粉末一起加入到二维或三维混料机进行混料,然后在保护气氛下磁场成型;由于上述细粉的稀土含量较高,非常适合作晶界中的富稀土相,有利于磁性能的提高。为提高磁性能,另一种改进技术的方法是按着前述的工艺分别熔炼多种成分的合金,然后分别制成粉末后将粉末混合再进行磁场成型。

#### [0012] 4、成型

钕铁硼稀土永磁体成型与普通的粉末冶金成型的最大差异是在取向磁场下成型,因此在压机上设计有电磁铁。由于钕铁硼稀土永磁粉末易氧化,有专利提出需要控制成型时的环境温度在 5-35℃,相对湿度为 40%-65% 之间,氧含量在 0.02-5% 之间;为防止粉末氧化,一种改进磁场成型技术是设计一个保护箱,保护箱上设置有手套,粉末在保护气氛下磁场成型;进一步的改进技术是在保护箱内的磁场空间设计有冷却系统,形成磁场成型空间的温度可控,模具置于可控温度的低温空间内,粉末在可控温度下成型,控温范围在 -15 至 20℃,优选成型温度低于 5℃;所述的保护箱内的氧含量低于 200ppm,优选 100ppm;模腔内的取向磁场强度一般 1.5-3T,在磁粉受压前预先取向并在压型过程中保持取向磁场强度;取向磁场或者是恒定磁场或者是脉动或交变磁场。为了减小成型压力,磁场成型后或者进行等静压,等静压后再送入到烧结炉烧结。

#### [0013] 5、烧结

成型后的工序是烧结,烧结在真空烧结炉内完成,真空或保护气氛条件下烧结,保护气体用氩气;烧结温度 1000-1200℃,保温时间一般 0.5-20 小时,保温后采用氩气或氮气冷却;改进技术的烧结方法和设备是在真空烧结炉前设置一个阀门和带手套的传送箱,成型后的料块在保护气氛的条件下送入传送箱,对保护箱充入保护气体,在保护气氛条件下去掉外包装和将料块装入烧结料盒,然后打开传送箱和烧结炉间的阀门,通过传送箱内的传送机构将装有烧结料块的料盒送入真空烧结炉进行烧结;进一步的改进技术是用多室真空烧结炉烧结,脱气、烧结、冷却分别在不同的真空室内完成,带手套的传送箱通过阀门与多个真空室相连,料盒顺序通过多个真空室;烧结后为提高磁体的矫顽力一般进行一次或二次时效处理;一次时效一般选取时效温度 400-700℃;二次时效一般高温选取 800-1000℃,低温选取 400-700℃;时效后料块一般进行机械加工和表面处理。

#### [0014] 本发明的真空热处理工艺技术如下:

烧结后首先按着稀土永磁器件的最终尺寸和形状或近似最终尺寸和形状进行机械加工;机械加工后将工件进行除油、清洗和干燥,然后将工件装入旋转式真空热处理设备的旋转滚筒内,转筒内还装有许多小球和含有稀土成分的颗粒,稀土的主要元素有 Dy、Tb、Pr、Nd 等元素中的一种或一种以上;所述的旋转式真空热处理设备主要由真空机组、气体冷却装置、真空炉体等组成,真空炉体内设置有保温层,保温层内设置有加热器,加热器内设置有旋转滚筒;所述的旋转滚筒或者是一个或者一个以上;所述的旋转滚筒内设置有筋板,筋板或者是直线的或者是螺旋的,筋板或者连续或者断续;所述的旋转滚筒或者支撑在支撑滚轮上,支撑滚轮或者主动旋转或者被动旋转,当支撑滚轮被动旋转时,旋转滚筒的端部设计有滚筒轴,由滚筒轴带动滚筒旋转;所述的旋转滚筒或者端部有轴,旋转滚筒支撑在端部的转轴上;所述的旋转滚筒或者端部有盖;所述的旋转滚筒或者单层材料制造或者一层以上;所述的旋转滚筒一层以上时,内层由金属材料制造。带动滚筒旋转的动力装置或者设置

在保温层的外部；所述的保温层上设计有与气体冷却装置气路相通的喷嘴，冷却气体通过喷嘴喷向旋转滚筒。

[0015] 工作时，抽真空后开始加热并转动旋转滚筒，滚筒或者单方向旋转或者两方向交替旋转，达到保温温度后开始保温，保温结束后对旋转滚筒进行气体冷却；加热、保温和冷却或者进行一次或者进行多次；所述的真空热处理的真空度控制在 5Pa 至  $5 \times 10^{-3}$ Pa 范围内，保温温度在 600–1000℃ 范围内，温度低于 600℃ 效果不明显，温度高于 1000℃ 会引起工件变形；保温时间 0.5–20 小时，时间少于 0.5 小时效果不明显，长于 20 小时矫顽力提高不明显；保温后用保护性气体冷却，冷却后再升温到 400–700℃ 范围内，保温 0.5–12 小时后用氩气冷却。

[0016] 真空热处理后选择性进行磨削、倒角、喷砂、电镀、电泳、喷涂、真空镀膜等后处理，达到工件的尺寸、精度、耐蚀性等要求。

[0017] 本发明可用于高性能稀土永磁材料的生产，尤其适合新能源汽车电机磁体、家用电器电机磁体、节能电机磁体、汽车零部件用电机和传感器磁体、硬盘驱动器磁体、电子电声器件磁体等生产；通过真空热处理技术，在同等重稀土含量的条件下，明显提高了稀土永磁体的矫顽力，从而节省重稀土的用量，保护稀缺资源。

## 附图说明

- [0018] 图 1 为本发明旋转式真空热处理设备主视图；  
图 2 为本发明多滚筒旋转式真空热处理设备主视图；  
图 3 为本发明无支撑轮的旋转式真空热处理设备主视图；  
图 4 为带支撑轮和端部转轴的旋转滚筒示意图；  
图 5 为支撑轮主动旋转的旋转滚筒示意图；  
图 6 为端部转轴支撑的旋转滚筒示意图。

## [0019]

图中序号：1、气体冷却装置，2、喷嘴，3、加热器，4、保温层，5、真空炉体，6、真空机组，7、旋转滚筒，8、物料，9、支撑滚轮，10、滚筒轴，11、筋板，12、盖，13、支撑轮轴。

## 具体实施方式

[0020] 下面通过实施例的对比进一步说明本发明的显著效果。

[0021] 如图 1 至 6 所示，本发明主要由真空机组 6、气体冷却装置 1、真空炉体 5 组成，真空炉体 5 内设置有保温层 4，保温层 4 上设置喷嘴 2，喷嘴 2 与气体冷却装置 1 的管路相通，冷却气体经过冷却装置冷却后吹向旋转滚筒；保温层 4 内设置有加热器 3，加热器 3 内设置有旋转滚筒 7；旋转滚筒 7 内设置有筋板 11，筋板 11 为直线或螺旋式，筋板或者连续或者断续；如图 4 所示旋转滚筒 7 或者支撑在支撑滚轮 9 上，通过滚筒轴 10 带动滚筒旋转；如图 5 所示旋转滚筒 7 或者支撑在支撑滚轮 9 上，通过支撑轮轴 13 带动滚筒旋转；如图 6 所示旋转滚筒 7 或者支撑在滚筒轴 10 上，再通过滚筒轴 10 带动滚筒旋转；旋转滚筒 7 一端或者设计有盖 12；旋转滚筒 7 为一层或多层材料制造，当旋转滚筒 7 为多层材料时，内层为金属材料；旋转滚筒 7 内可放置物料 8，物料 8 包括工件、球和含有稀土元素的颗粒；旋转滚筒 7 为一个或一个以上。

**[0022] 实施例 1**

分别按表一中的 A 成分选取合金 600Kg 熔炼,在熔融状态下将合金浇铸到带水冷却的旋转的冷却辊上冷却形成合金片,然后使用真空氢碎炉对合金片进行粗破碎,氢破碎后进行气流磨制粉,磁场取向压机成型,磁块尺寸  $62 \times 52 \times 42\text{mm}$ ,取向方向为 42 尺寸方向,成形后进行等静压,之后送入真空烧结炉烧结,烧结温度  $1060^\circ\text{C}$ ,氩气循环冷却到  $80^\circ\text{C}$  后取出进行机械加工,分别加工成大方片 ( $60 \times 25 \times 10$ )、小方片 ( $30 \times 20 \times 3$ )、扇形 ( $R30 \times r40$  弧度  $60^\circ$  厚度 5)、同心瓦 ( $R60 \times r55$  弦长 20 瓦高 30) 四种规格,经除油、清洗、干燥后将工件、球和含有稀土成分的颗粒装入旋转式真空热处理设备的旋转滚筒内,抽真空  $5 \times 10^{-1}\text{Pa}$  后开始加热并转动旋转滚筒,控制真空度在  $5 \times 10^{-1}\text{Pa}$  以上,温度达到  $950^\circ\text{C}$  开始保温,保温 2 小时后用氩气冷却到  $100^\circ\text{C}$ ,再升温到  $480^\circ\text{C}$ ,保温 4 小时后用氩气冷却到  $80^\circ\text{C}$  以下出炉。

**[0023]** 将工件选择性进行磨削、倒角、喷砂、电镀、电泳、喷涂、真空镀膜等后处理,达到工件的尺寸、精度、耐蚀性要求。磁性能测量结果列入表二

**实施例 2**

分别按表一中的 B 成分选取合金 600Kg 熔炼,在熔融状态下将合金浇铸到带水冷却的旋转的冷却辊上冷却形成合金片,离开冷却辊的合金片落入转盘,在转盘内进行机械搅拌和氩气冷却;然后使用真空氢碎炉对合金片进行粗破碎,氢破碎后进行气流磨制粉,气流磨的氧含量控制在 10ppm;氮气保护磁场取向压机成型,保护箱内的氧含量 90ppm,取向磁场强度 1.8T,磁块尺寸  $62 \times 52 \times 42\text{mm}$ ,取向方向为 42 尺寸方向,成形后在保护箱内封装,等静压之后送入真空烧结炉烧结,烧结温度  $1060^\circ\text{C}$ ,氩气循环冷却到  $80^\circ\text{C}$  后取出进行机械加工,分别加工成大方片 ( $60 \times 25 \times 10$ )、小方片 ( $30 \times 20 \times 3$ )、扇形 ( $R30 \times r40$  弧度  $60^\circ$  厚度 5)、同心瓦 ( $R60 \times r55$  弦长 20 瓦高 30) 四种规格,经除油、清洗、干燥后将工件、许多小球和含有稀土成分的颗粒装入旋转式真空热处理设备的旋转滚筒内,抽真空  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  后开始加热并转动旋转滚筒,控制真空度在  $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$  以上,温度达到  $850^\circ\text{C}$  开始保温,保温 10 小时后用氩气冷却到  $100^\circ\text{C}$ ,再升温到  $450^\circ\text{C}$ ,保温 6 小时后用氩气冷却到  $80^\circ\text{C}$  以下出炉。

**[0024]** 将工件选择性进行磨削、倒角、喷砂、电镀、电泳、喷涂、真空镀膜等后处理,达到工件的尺寸、精度、耐蚀性要求。磁性能测量结果列入表二

**实施例 3**

分别按表一中的 C 成分选取合金 600Kg 熔炼,在熔融状态下将合金浇铸到带水冷却的旋转的冷却辊上冷却形成合金片,离开冷却辊的合金片落入旋转滚筒,保温 30 分钟后对滚筒冷却;然后将合金片装入吸氢罐中,抽真空后充入氢气开始合金吸氢,吸氢饱和后停止吸氢,然后将吸氢合金装入到旋转式真空热处理设备进行脱氢,脱氢温度  $900^\circ\text{C}$ ,脱氢后用氩气冷却。使用真空氢碎炉对合金片进行粗破碎,氢破碎后进行气流磨制粉,气流磨的氧含量控制在 30ppm,旋风收集到的粉末和粉末过滤器收集的细粉在氮气保护下用二维混料机混料 60 分钟后送到氮气保护磁场取向压机成型,保护箱内的氧含量 110ppm,取向磁场强度 1.8T,模腔内温度  $3^\circ\text{C}$ ,磁块尺寸  $62 \times 52 \times 42\text{mm}$ ,取向方向为 42 尺寸方向,成形后在保护箱内封装,然后取出进行等静压,等静压压力 200MPa,之后送入真空烧结炉烧结,烧结温度  $1060^\circ\text{C}$ ,氩气循环冷却到  $80^\circ\text{C}$  后取出进行机械加工,分别加工成大方片 ( $60 \times 25 \times 10$ )、小方片 ( $30 \times 20 \times 3$ )、扇形 ( $R30 \times r40$  弧度  $60^\circ$  厚度 5)、同心瓦 ( $R60 \times r55$  弦长 20 瓦高 30) 四种规格,经除油、清洗、干燥后将工件、许多小球和含有稀土成分的颗粒装入旋转式真空



热处理设备的旋转滚筒内,抽真空  $5 \times 10^{-1}$ Pa 后开始加热并转动旋转滚筒,控制真空度在 5Pa 以上,温度达到 750℃ 开始保温,保温 20 小时后用氩气冷却到 100℃,再升温到 500℃,保温 3 小时后用氩气冷却到 80℃ 以下出炉。

[0025] 将工件选择性进行磨削、倒角、喷砂、电镀、电泳、喷涂、真空镀膜等后处理,达到工件的尺寸、精度、耐蚀性要求。磁性能测量结果列入表二

#### 实施例 4

分别按表一中的 D 成分选取合金 600Kg 熔炼,在熔融状态下将合金浇铸到带水冷却的旋转的冷却辊上冷却形成合金片,离开冷却辊的合金片落入旋转滚筒,保温 30 分钟后对滚筒冷却;然后使用真空氢碎炉对合金片进行粗破碎,氢破碎后进行气流磨制粉,气流磨的氧含量控制在 30ppm,旋风收集到的粉末和细粉收集器收集的细粉在氮气保护下用二维混料机混料 60 分钟后送到氮气保护磁场取向压机成型,保护箱内的氧含量 110ppm,取向磁场强度 1.8T,模腔内温度 -5℃,磁块尺寸 62×52×42mm,取向方向为 42 尺寸方向,成形后在保护箱内封装,然后取出进行等静压,等静压压力 200MPa,之后送入真空烧结炉烧结,烧结温度 1060℃,氩气循环冷却到 80℃ 后取出进行机械加工,分别加工成大方片(60×25×10)、小方片(30×20×3)、扇形(R30×r40 弧度 60° 厚度 5)、同心瓦(R60×r55 弦长 20 瓦高 30)四种规格,经除油、清洗、干燥后将工件、许多小球和含有稀土成分的颗粒装入旋转式真空热处理设备的旋转滚筒内,抽真空  $5 \times 10^{-1}$ Pa 后开始加热并转动旋转滚筒,控制真空度在 5Pa 以上,温度达到 650℃ 开始保温,保温 20 小时后用氩气冷却到 100℃,再升温到 500℃,保温 3 小时后用氩气冷却到 80℃ 以下出炉。

[0026] 将工件选择性进行磨削、倒角、喷砂、电镀、电泳、喷涂、真空镀膜等后处理,达到工件的尺寸、精度、耐蚀性要求。磁性能测量结果列入表二

表一、合金的成分:

序号	编号	成分
1	A	Nd30Dy1Fe67.9B0.9Al0.2
2	B	Nd30Dy1Fe67.5Co1.2Cu0.1B0.9Al0.1
3	C	(Pr0.2Nd0.8)25Dy5Fe67.4Co1.2Cu0.3B0.9Al0.2
4	D	(Pr0.2Nd0.8)25Dy5Tb1Fe65Co2.4Cu0.3B0.9Al0.2Ga0.1Zr0.1

表二、特殊热处理的磁性能测量结果:

序号	编号	规格 形状	装料数量 (块/盒)	表面处理	剩磁 (Gs)	矫顽力 (Oe)
实施例 1	A	大方片	180	电镀	13970	17994
实施例 1	A	小方片	500	电泳	13810	17699
实施例 1	A	扇形	400	磷化	13983	17551
实施例 1	A	同心瓦	300	喷涂	13975	17787
实施例 2	B	大方片	180	电镀	13979	17841
实施例 2	B	小方片	500	电泳	13991	17616
实施例 2	B	扇形	400	磷化	13995	17670
实施例 2	B	同心瓦	300	喷涂	14014	17977
实施例 3	C	大方片	180	电镀	12598	28660
实施例 3	C	小方片	500	电泳	12565	29230
实施例 3	C	扇形	400	磷化	12540	28750
实施例 3	C	同心瓦	300	喷涂	12590	28670
实施例 4	D	大方片	180	电镀	12630	28830
实施例 4	D	小方片	500	电泳	12580	29240
实施例 4	D	扇形	400	磷化	12640	28920
实施例 4	D	同心瓦	300	喷涂	12595	28810

实施例 5

分别按表一 A、B、C、D 成分选取合金 600Kg 熔炼，浇铸成 12mm 厚的铸锭，其他工艺分别同实施例 1-4，结果见表三

表三、特殊热处理的磁性能测量结果：

序号	编号	规格 形状	装料数量 (块/合)	表面处理	剩磁(Gs)	矫顽力(Oe)
1	A	大方片	180	电镀	13962	17473
2	A	小方片	500	电泳	13904	17178
3	A	扇形	400	磷化	13961	17084
4	A	同心瓦	300	喷涂	13987	17267
5	B	大方片	180	电镀	13950	17321
6	B	小方片	500	电泳	13987	17143
7	B	扇形	400	磷化	13962	17165
8	B	同心瓦	300	喷涂	14031	17478
9	C	大方片	180	电镀	12561	28565
10	C	小方片	500	电泳	12559	28767
11	C	扇形	400	磷化	12548	28235
12	C	同心瓦	300	喷涂	12576	28154
13	D	大方片	180	电镀	12598	28343
14	D	小方片	500	电泳	12579	28731
15	D	扇形	400	磷化	12618	28422
16	D	同心瓦	300	喷涂	12565	28790

对比例 1

分别按表一 A、B、C、D 成分选取合金 600Kg 熔炼，浇铸成 12mm 厚的铸锭，氢破碎后进行气流磨，气流磨气氛氧含量 30ppm，旋风收集到的粉末和粉末过滤器收集的细粉列入表四，在氮气保护下用二维混料机混料 30 分钟后送到氮气保护磁场取向压机成型，保护箱内的氧含量 90ppm，取向磁场强度 1.8T，模腔内温度 3℃，磁块尺寸 62×52×42mm，取向方向为 42 尺寸方向，成形后在保护箱内封装，然后取出进行等静压，等静压压力 200MPa，之后送入真空烧结炉烧结和二次时效，烧结温度 1060℃，时效温度分别为 850℃和 580℃，磁性能测量结果列入表四：

表四、铸锭的磁体磁性能测量结果：

序号	编号	粉末重量 (Kg)	细粉重量 (Kg)	细粉加入量 (Kg)	剩磁(Gs)	矫顽力(Oe)
1	A	530	40	40	13965	14565
2	B	535	35	35	14000	14400
3	C	540	30	30	12390	25320
4	D	540	30	30	12560	26500

对比例 2

分别按表一 A、B、C、D 成分选取合金 600Kg 熔炼，在熔融状态下将合金浇铸到带水冷却

的旋转的冷却辊上冷却形成合金片,然后使用真空氢碎炉对合金片进行粗破碎,氢破碎后进行气流磨,气流磨气氛氧含量 30ppm,旋风收集到的粉末和细粉收集器收集的细粉列入表五,在氮气保护下用二维混料机混料 30 分钟后送到氮气保护磁场取向压机成型,保护箱内的氧含量 110ppm,取向磁场强度 1.8T,模腔内温度 3℃,磁块尺寸 62×52×42mm,取向方向为 42 尺寸方向,成形后在保护箱内封装,然后取出进行等静压,等静压压力 200MPa,之后送入真空烧结炉烧结和二次时效,烧结温度 1060℃,时效温度分别为 850℃和 580℃,磁性能测量结果列入表五:

表五、速凝合金的磁性能测量结果:

序号	编号	粉末重量 (Kg)	细粉重量 (Kg)	细粉加入量 (Kg)	剩磁(Gs)	矫顽力(Oe)
1	A	535	35	40	14112	15563
2	B	545	30	35	14180	15500
3	C	545	30	30	12540	26230
4	D	545	30	30	12680	27800

由上述实施例之间相比和实施例与对比例相比,发现采用本发明的稀土永磁器件的真空热处理方法和设备制得的产品矫顽力明显高于对比例产品的矫顽力;本发明适合于生产高性能的稀土永磁材料和器件。

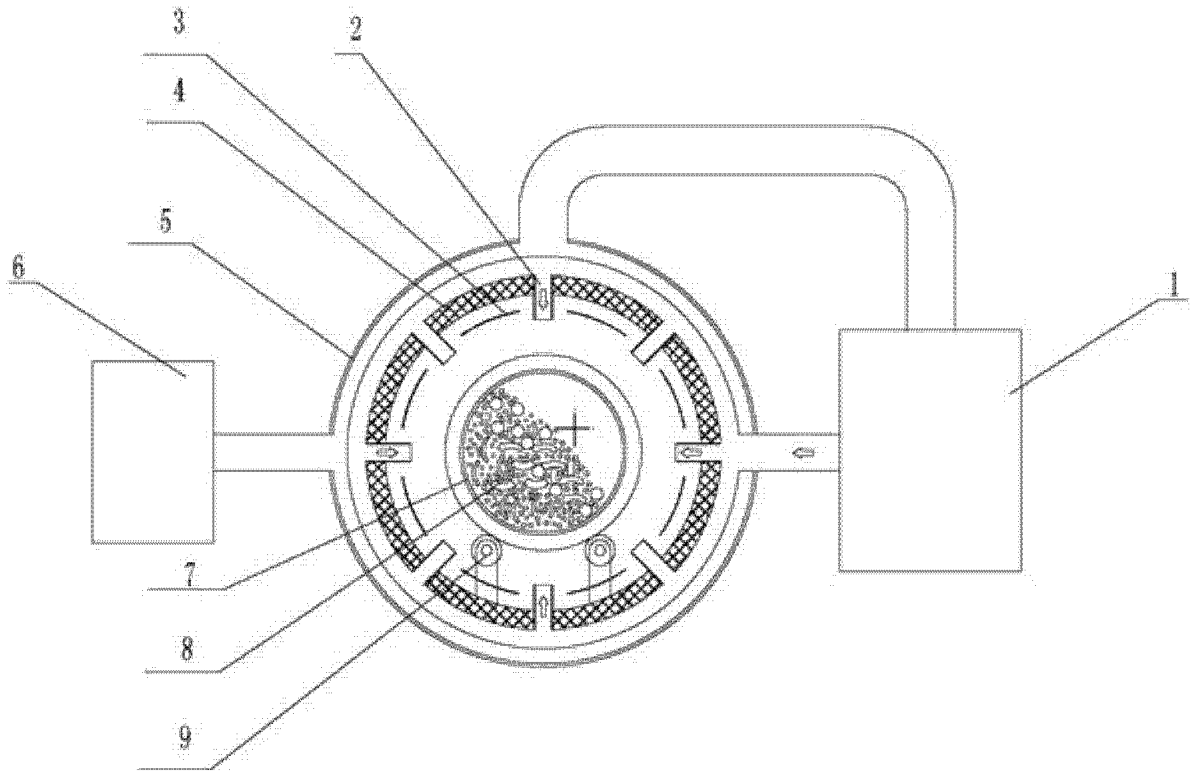


图 1

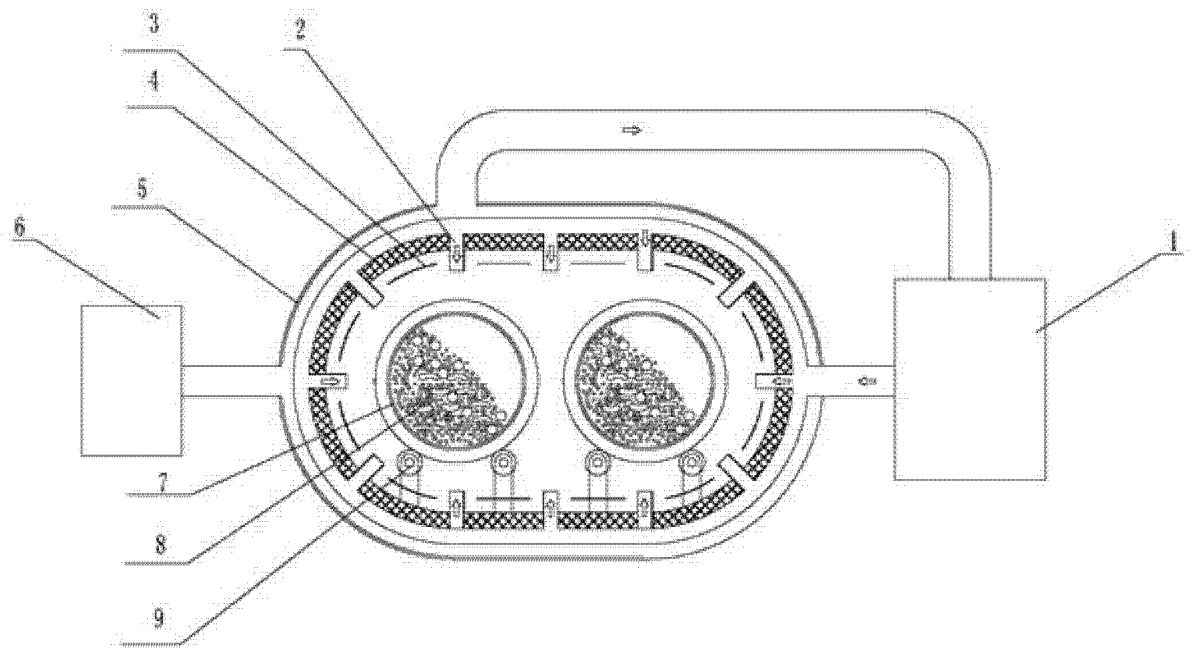


图 2

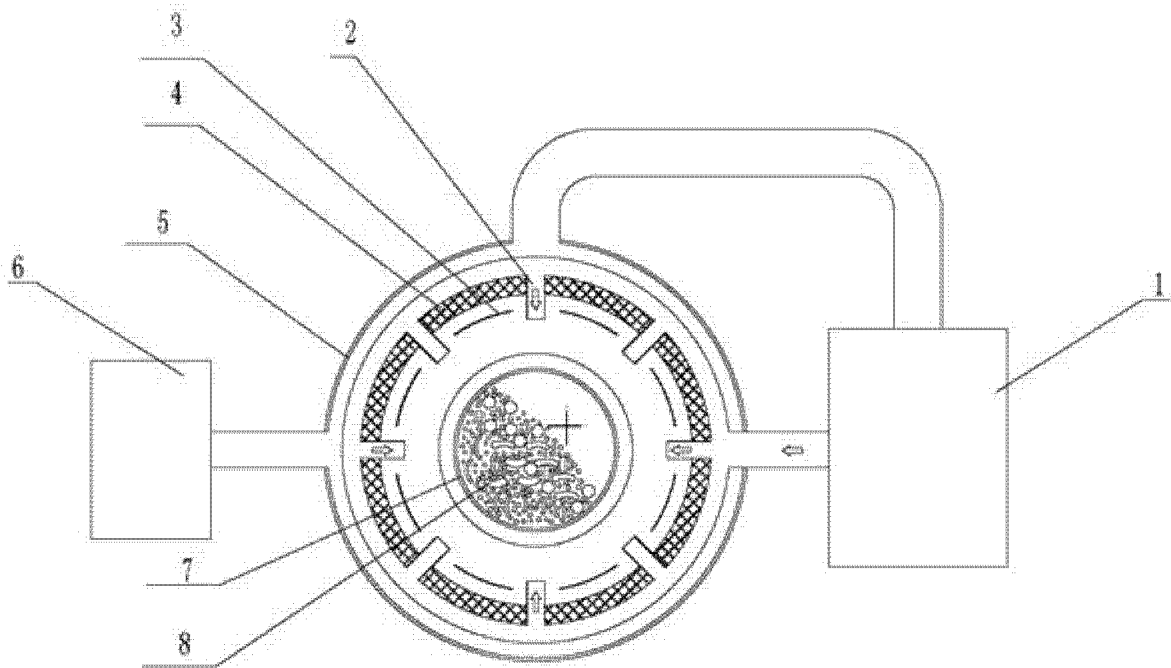


图 3

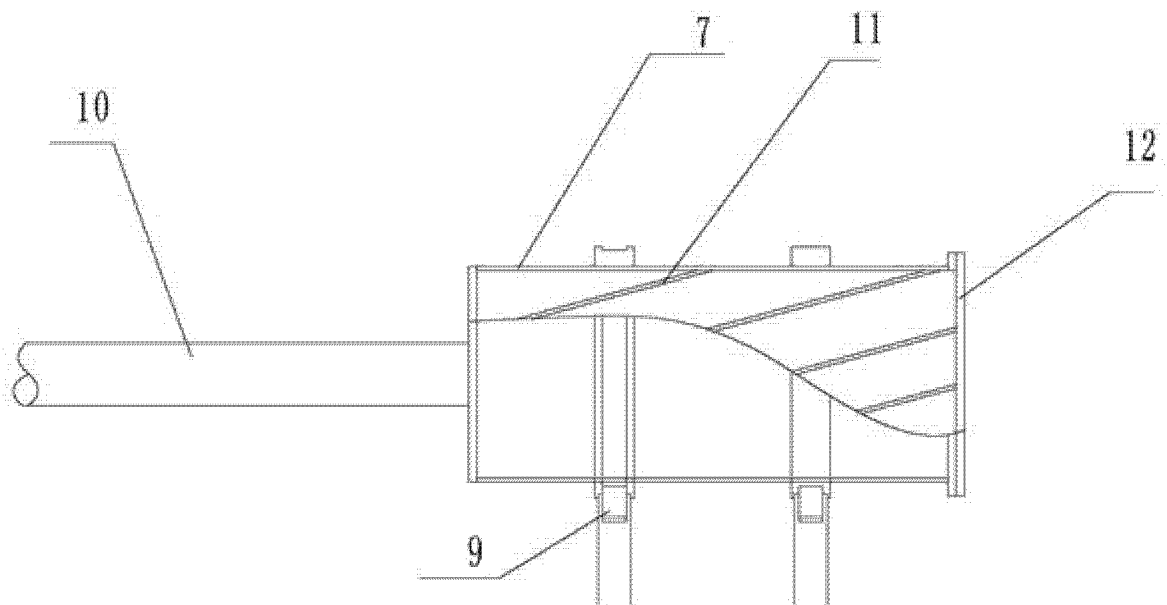


图 4

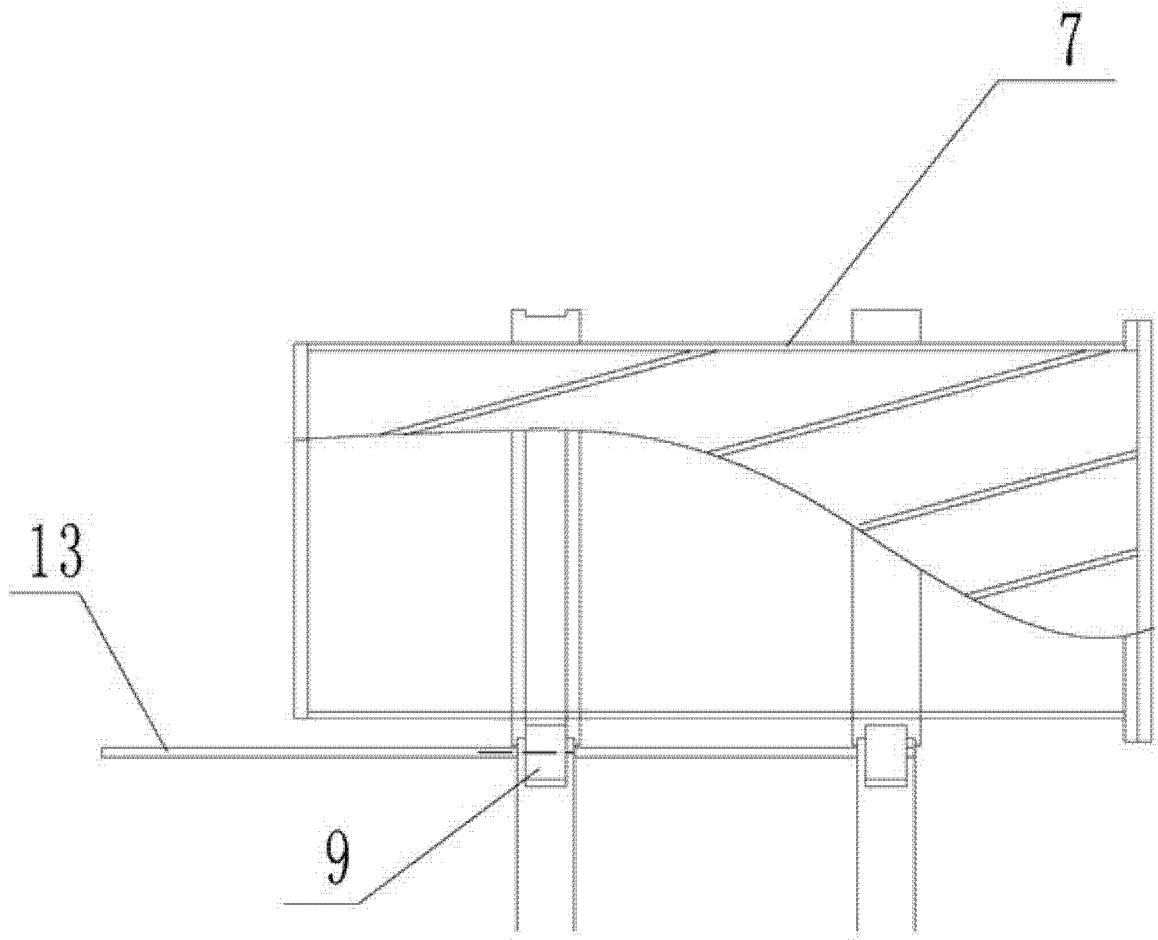


图 5

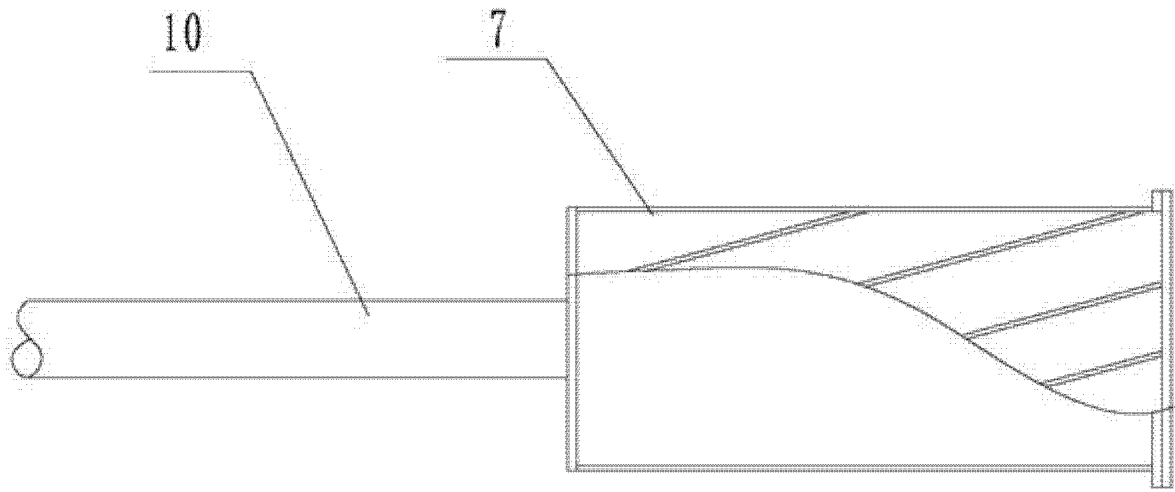


图 6