

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103000324 A

(43) 申请公布日 2013. 03. 27

(21) 申请号 201210395959. 0

(22) 申请日 2012. 10. 17

(71) 申请人 烟台正海磁性材料股份有限公司

地址 264006 山东省烟台市烟台开发区珠江路 22 号

(72) 发明人 彭步庄 史丙强 郭宁 李广军

(74) 专利代理机构 北京轻创知识产权代理有限公司 11212

代理人 杨立

(51) Int. Cl.

H01F 1/053(2006. 01)

H01F 1/08(2006. 01)

G22C 38/00(2006. 01)

G22C 33/02(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 12 页 附图 3 页

(54) 发明名称

一种烧结稀土永磁材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及烧结稀土永磁材料领域,特别涉及一种烧结稀土永磁材料的制备方法,所述制备方法包括备料、配料、熔炼、粗破碎、细破碎、压型、烧结、热处理、机加工和表面处理及晶界渗入工序,其中,所述晶界渗入工序可以在熔炼与粗破碎或粗破碎与细破碎之间进行。本发明克服了“粒界渗入”技术所面临的渗入深度受限,无法生产较大尺寸永磁体的问题以及由于“粒界渗入”技术引起的磁体变形导致的二次加工浪费问题,在提高烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的矫顽力和使用温度的同时,尽可能的不损失剩磁,同时降低价格高昂的重稀土(Dy、Tb)的用量。



1. 一种烧结稀土永磁材料的制备方法,包括备料、配料、熔炼、粗破碎、细破碎、压型、烧结、热处理、机加工和表面处理,其特征在于,在熔炼和粗破碎之间还需进行晶界渗入。

2. 根据权利要求1所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,所述的晶界渗入还可以在粗破碎和细破碎之间进行。

3. 根据权利要求1或2所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,所述的晶界渗入温度为 $200 \sim 1060^{\circ}\text{C}$ ,真空度为 $0.001 \sim 10\text{Pa}$ ,时间为 $0.5 \sim 40$ 小时。

4. 根据权利要求1或2所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,所述的晶界渗入的渗入元素为稀土元素或非稀土元素,所述的稀土元素为Dy、Tb、Ho或Gd中的一种,所述的非稀土元素为Al、Cu、Ti、Nb或Zr中的一种。

5. 根据权利要求4所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,所述的渗入元素在晶界渗入前还需进行真空脱气处理。

6. 根据权利要求5所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,所述的真空脱气处理为将渗入元素加热到 $100 \sim 400^{\circ}\text{C}$ ,在 $0.1 \sim 5\text{Pa}$ 真空度下进行脱气 $1 \sim 200$ 分钟。

7. 根据权利要求1或2或5或6所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,进行所述的熔炼、粗破碎、细破碎、压型、烧结、热处理和晶界渗入时周围气氛为惰性气体或氮气,氧含量低于 $200\text{ppm}$ 。

8. 根据权利要求1或2或5或6所述的烧结稀土永磁材料的制备方法,其特征在于,所述的烧结的温度为 $900 \sim 1060^{\circ}\text{C}$ 。

## 一种烧结稀土永磁材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及烧结稀土永磁材料领域,特别涉及一种减少重稀土 Dy、Tb、用量的烧结稀土永磁材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 由于优异的磁性能,以及社会经济发展所带来的能源消耗的大幅增加,各国对环境保护要求的不断提高,近年来高性能烧结 Nd-Fe-B 永磁材料在新能源汽车、节能家电、高性能化电机、大型风力发电机等领域的使用得到快速发展,市场需求不断增加。然而在节能环保领域应用的烧结 Nd-Fe-B 永磁材料都有一个共同的要求——工作温度高,为满足这一要求在熔炼时需要用部分稀有昂贵的重稀土(Dy、Tb)来替代一部分 Nd 元素。

[0003] 重稀土(Dy、Tb)替代一部分 Nd 元素后,一方面使高性能烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的生产成本大大增加,另一方面永磁体的饱和磁化强度和剩磁会有大副降低,这在一定程度上影响了应用的进一步推广。因此如何在提高烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的矫顽力和使用温度的同时,尽可能的不损失剩磁,同时降低价格高昂的重稀土(Dy、Tb)的用量,成为一个技术难题。

[0004] 经过真空熔炼甩带生产的 Nd-Fe-B 合金片主要有两相组成,如图 3 所述,一为主相  $R_2Fe_{14}B$  相,体积百分比一般为 95 ~ 99%,另一相为富 Nd 相,体积百分比一般为 5 ~ 1%。其中 R 代表至少一种稀土元素,Fe 为铁,B 为硼。

[0005] 由于  $Dy_2Fe_{14}B$  和  $Tb_2Fe_{14}B$  的结晶温度要高于  $Nd_2Fe_{14}B$ ,分别高出 20K 和 25K,因此在熔炼时以部分 Dy、Tb 取代部分 Nd,在经过真空熔炼甩带成合金片后, Dy、Tb 元素主要存在于主相  $R_2Fe_{14}B$  中(其中 R 代表包含 Nd、Pr、Dy、Tb、Pr、Ho、Gd 在内的稀土元素),富 Nd 相中几乎没有 Dy、Tb 元素的分布。

[0006] 在烧结 Nd-Fe-B 永磁材料中,矫顽力为永磁材料抵抗外磁场的的能力,该外磁场在晶界产生反磁化核,反磁化核形成的难易决定了矫顽力的高低。烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的晶粒尺寸一般在 5 ~ 15um 范围内,平均粒径约 6um。理论和实践都已证明烧结 Nd-Fe-B 永磁材料中每一个  $R_2Fe_{14}B$  晶粒都是多畴体,但是一旦  $R_2Fe_{14}B$  永磁材料被磁化到饱和而形成一个大单畴后,在零磁场下也是不能自发的形成反磁化畴的,而保持其单畴状态,其反磁化过程符合单畴体的反磁化理论。也就是  $Nd_2Fe_{14}B$  晶界形成反磁化核的外场要远大于其各向异性场  $H_A > 5572kA/m$ ,但实际上 Nd-Fe-B 烧结永磁材料的矫顽力远低于它的各向异性场,其主要原因是晶粒边界上存在很多的缺陷,缺陷处很易形成反磁化核。Dy 和 Tb 在晶界的区域的浓度提高有利于削弱晶界缺陷,增加形成反磁化核的难度,从而提高磁体的矫顽力。

[0007] 最近,新的“粒界渗入”技术对提高磁体的矫顽力很有成效。所谓的粒界渗入法是为了提高 Nd-Fe-B 系烧结磁体的矫顽力,从磁体表面将 Dy 和 Tb 进行粒界渗入,使剩磁的降低控制在最低限度而矫顽力得到提高的方法。Dy 之所以沿着粒界渗入,是因为作为粒界成份的富 Nd 相熔点低,在扩散温度时,Dy 向粒界附近的扩散速度比粒内的扩散速度要大几倍。作为 Dy 的供给源,金属 Dy、氟化镱、氧化镱等各种各样镱的化合物均被使用,包括喷溅,

Dy 金属的蒸发也正在使用。

[0008] 以上粒界渗入技术所采取的工艺方法如图 4 所示：备料—配料—熔炼—粗破碎—细破碎—压型—烧结—机加工—粒界渗入—热处理—机加工—表面处理。

[0009] 而上述“粒界渗入”技术均是在热处理完成加工后的烧结 Nd-Fe-B 永磁材料上进行，Dy、Tb 沿晶界扩散的深度受到一定的限制，一般只能达到毫米级别（参见公开号 CN101404195）；另外进行“粒界渗入”技术进行渗入处理 时需要将磁体加热到一定温度，一般需高于 600℃ 磁体中的富 Nd 相才能形成液相，磁体长时间在这种高温情况下会引起变形，为了满足尺寸形位要求需进行二次再加工，造成材料浪费。

## 发明内容

[0010] 本发明针对烧结稀土永磁体“粒界渗入”技术的不足，提供一种采用晶界渗入技术制备的烧结稀土永磁材料的制备方法。

[0011] 由于  $Dy_2Fe_{14}B$  和  $Tb_2Fe_{14}B$  的结晶温度要高于  $Nd_2Fe_{14}B$ ，分别高出 20K 和 25K，因此在熔炼时以部分 Dy、Tb 取代部分 Nd，在经过真空熔炼甩带成合金片后，Dy、Tb 元素主要存在于主相  $R_2Fe_{14}B$  中（其中 R 代表包含 Nd、Pr、Dy、Tb、Pr、Ho、Gd 在内的稀土元素），富 Nd 相中几乎没有 Dy、Tb 元素的分布。

[0012] 由于烧结 Nd-Fe-B 永磁材料母合金由两相组成，分别为主相  $R_2Fe_{14}B$  和富 Nd 相，主相的熔点在 1100℃ 以上，富 Nd 相的熔点相对较低，加热到 600℃ 以上时即开始产生液相，元素在液相中的扩散速度要远远大于固相，在熔炼后气流磨前渗入元素沿晶界渗入，而很少进入主相成为可能。

[0013] 由于烧结 Nd-Fe-B 永磁材料母合金材料在进行氢破碎时，沿富 Nd 相集中的晶界部分破碎，因此在母合金中沿晶界渗入的元素，会均匀的分布在粉末的表面，相当于在每个粉末颗粒表面分布了一存在层渗入元素的富 Nd 相。

[0014] 基于以上技术缺陷和发现，本发明提供了一种烧结稀土永磁材料的制备方法，包括备料、配料、熔炼、粗破碎、细破碎、压型、烧结、热处理、机加工和表面处理，在熔炼和粗破碎之间还需进行晶界渗入。

[0015] 本发明的有益效果是：本发明克服了“粒界渗入”技术所面临的渗入深度受限，无法生产较大尺寸永磁体的问题以及由于“粒界渗入”技术引起的磁体变形导致的二次加工浪费问题，提供一种在提高烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的矫顽力和使用温度的同时，尽可能的不损失剩磁，同时降低价格高昂的重稀土（Dy、Tb）的用量。在保证烧结稀土永磁体剩磁基本不降低的情况下，提高永磁体矫顽力；熔炼、氢破碎工序的产出物料尺寸小，至少有一个方向的尺寸小于 0.5mm，有利于进行元素晶界渗入的实施，处理效率高；物料呈散片或粉末状，无具体形状，不受最终产品形状尺寸的限制，消除机加工后进行晶界渗入引起的成品变形，不需要再进行二次加工，节省材料，在烧结时发生固液相变反应， $L(Rh) + S(Nd_2Fe_{14}B) \rightarrow L(Nd) + Rh_2Fe_{14}B$ ，在主相晶粒的四周形成一层均匀的 5 ~ 50nm 厚度的具有高各项异性场  $H_A$  的  $Rh_2Fe_{14}B$  相，从而大大提高磁体的内禀矫顽力及一致性。本制备方法能够生产更高性能的烧结稀土永磁体，以更好的满足新能源汽车、节能家电、高性能化电机、大型风力发电机等领域的使用要求。

[0016] 本发明所述的粗破碎采用的是氢破碎处理，由于利用氢破碎处理，烧结稀土永磁

材料的母合金沿晶界裂开,因此在气流磨时会产生部分超细粉,超细粉主要组成为含有较高晶界渗入元素的富 Nd 相,一般渗入元素的含量会在 10 ~ 60%,该部分超细粉利用普通的旋风分离器很难收集到。为了最大程度的利用渗入元素,将该部分超细粉收集到正常粉料中,本发明所述的细破碎采用的是气流磨,气流磨制粉时需采用多级或更高效的粉料回收装置,尽可能的减少超细粉的损失。

[0017] 在上述技术方案的基础上,本发明还可以做如下改进。

[0018] 进一步,所述的晶界渗入还可以在粗破碎和细破碎之间进行。

[0019] 进一步,所述的晶界渗入温度为 200 ~ 1060℃,真空度为 0.001 ~ 10Pa,时间为 0.5 ~ 40 小时,使渗入元素在真空状态下产生 0.001 ~ 10Pa 金属蒸汽。

[0020] 进一步,所述的晶界渗入的渗入元素为稀土元素或非稀土元素,所述的稀土元素为 Dy、Tb、Ho 或 Gd 中的一种,所述的非稀土元素为 Al、Cu、Ti、Nb 或 Zr 中的一种。为了防止非预期的元素在晶界渗入工序进入晶界,引起负面的效果,晶界渗入装置的加热器采用耐高温、蒸汽压低的 Mo 材质,保温屏采用 Mo 材质的金属反射屏。为了在晶界渗入处理时,渗入元素在物料中能更均匀的渗入,不产生偏析,装置内部设有 Mo 材质的搅动或翻转机构,对物料进行连续的搅动翻转。这时渗入元素产生的蒸汽会均匀的与物料接触,不断沿晶界渗入。

[0021] 采用上述进一步技术方案的有益效果是:由于烧结工艺为液相烧结,富 Nd 相在烧结时变成液相,主相  $R_2Fe_{14}B$  为固相,在控制烧结温度不高于 1060℃的情况下,不会引起渗入元素大量进入主相引起磁体剩磁的降低,同时晶界渗入元素在晶界的分布在液相烧结过程中会进一步均匀,同时发生固液相变反应, $L(Rh)+S(Nd_2Fe_{14}B) \rightarrow L(Nd)+Rh_2Fe_{14}B$ ,在主相晶粒的四周形成一层均匀的具有高各向异性场  $H_A$  的  $Rh_2Fe_{14}B$  相层,从而大大提高磁体的内禀矫顽力及一致性,其中 Rh 代表 Dy、Tb、Ho 或 Gd 等重稀土;当渗入元素为 Al、Cu、Ti、Nb、Zr 等非稀土元素时,此元素进入晶粒表层主相和晶粒外延层,形成高各向异性场  $H_A$  的  $R_2(FeTm)_{14}B$  相层,Tm 代表 Al、Cu、Ti、Nb、Zr 等非稀土元素的至少一种。

[0022] 进一步,所述的渗入元素在晶界渗入前还需进行真空脱气处理。

[0023] 进一步,所述的真空脱气处理为将渗入元素加热到 100 ~ 400℃,在 0.1 ~ 5Pa 真空度下进行脱气 1 ~ 200 分钟。

[0024] 进一步,进行所述的熔炼、粗破碎、细破碎、压型、烧结、热处理和晶界渗入时周围气氛为惰性气体或氮气,氧含量低于 200ppm,特别是,为了防止渗入元素的蒸汽受到氮、氧、碳等有害元素的污染,晶界渗入时物料周围气氛为真空,真空度控制在 0.0001 ~ 10Pa。

[0025] 进一步,所述的烧结的温度为 900 ~ 1060℃。

[0026] 采用上述进一步技术方案的有益效果是:烧结工序的烧结温度应严格控制在 1060℃以下,将固液相变反应  $L(Rh)+S(Nd_2Fe_{14}B) \rightarrow L(Nd)+S(Rh_2Fe_{14}B)$  控制在晶粒的表层 5 ~ 50nm 之间,其中 Rh 代表重稀土元素 Dy、Tb、Ho 或 Gd。

#### 附图说明

[0027] 图 1 为本发明晶界渗入在熔炼与粗破碎之间进行的在工艺流程图;

[0028] 图 2 为本发明晶界渗入在粗破碎与细破碎之间进行的工艺流程图;

[0029] 图 3 为本发明在熔炼后的合金的 SEM 电镜照片;

[0030] 图 4 为“粒界渗入”工艺流程图；

[0031] 图 5 为对比例 1 ~ 4 采用的传统工艺流程图。

### 具体实施方式

[0032] 以下结合附图对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

[0033] 本发明所述的烧结稀土永磁材料的制备方法为：

[0034] 1) 备料：提供纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,清理表面的氧化层,以进一步提高原材料品质。

[0035] 2) 配料：按比例进行配料,配料比例以重量百分比可表示为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$ ,其中 R 代表包含 Sc、Dy、Tb、Ho、Gd 和 Y 在内的稀土元素中的至少 1 种, x 代表 R 的重百分比,具体为  $27wt\% < x \leq 31wt\%$ , 优选  $28wt\% < x \leq 30.5wt\%$ , 更优地  $29wt\% < x \leq 30wt\%$ ; R 所占重量百分比太高不利于提高磁体的剩磁, 太低需要提高烧结温度, 导致进入主相的渗入元素增加, 引起剩磁降低; T 代表 Ti、V、Cr、Mn、Co、Ni、Ga、Ca、Cu、Zn、Si、Al、Mg、Zr、Nb、Hf、Ta、W、Mo、C、S、O、N、H、F 或 Cl 中的至少 1 种, y 代表 T 的重量百分比, 一般情况下  $0.1wt\% < y \leq 4wt\%$ ; B 为硼, z 代表其重量百分比, 一般情下  $0.9wt\% < z \leq 1.2wt\%$ ; Fe 为铁, 其重量百分比为  $(100-x-y-z)wt\%$ 。

[0036] 3) 熔炼：将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到  $1400 \sim 1490^\circ\text{C}$  时,以每秒  $0.5 \sim 5\text{m/s}$  的辊轮的线速度,以  $100 \sim 7000^\circ\text{C/s}$  的冷却速度进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却  $60 \sim 180\text{min}$ ,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,最终得到  $0.2 \sim 0.5\text{mm}$  厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0037] 4) 晶界渗入：晶界渗入工艺可以选择在此时进行,也是最理想的时机,因为母合金鳞片中的氧含量较低一般的小 200ppm,富 Nd 相活性最好,最有利于进行晶界渗入处理。此时将母合金鳞片进行适当的破碎,然后放入晶界渗入处理装置内,进行抽真空脱气,当装置内的真空度小于 20Pa 时,对母合金鳞片加热到  $100 \sim 400^\circ\text{C}$ ,进行 1 ~ 200 分钟的真空脱气处理直到真空度小于 10Pa,最好能低于 0.1Pa,在加热过程中不断的对母合金鳞片进行搅动翻转,使其均匀受热。同时,对晶界渗入元素的金属进行  $100 \sim 400^\circ\text{C}$ ,  $0.1 \sim 5\text{Pa}$  真空度下进行 1 ~ 200 分钟的真空脱气处理,其中晶界渗入元素至少包括纯度至少为 99% 的稀土元素和非稀土元素,所述稀土元素为 Dy、Tb、Ho 或 Gd 中的任意一种,所述非稀土元素为 Al、Cu、Ti、Nb 或 Zr 的一种。

[0038] 对母合金鳞片和晶界渗入元素原料进行充分的真空脱气后,将母合金鳞片加热到  $T_s=200 \sim 1060^\circ\text{C}$ ,使富 Nd 相产生一定液相,同时采用独立的加热蒸发装置对晶界渗入元素的金属原材料进行加热蒸发,使晶界渗入装置内形成一定的晶界渗入元素的蒸汽压,真空度控制在  $0.001 \sim 10\text{Pa}$ ,其蒸发温度  $T_z$  根据晶界渗入元素的不同而有所差别,一般在  $600 \sim 2000^\circ\text{C}$  之间。此时晶界渗入元素的蒸汽,与不断被翻动或搅动的母合金进行接触,沿母合金鳞片液化的富 Nd 相不断的渗入。晶界渗入处理需要持续  $0.5 \sim 40$  小时的时间。

[0039] 晶界渗入处理过程中,为了更好的控制晶界渗入元素的蒸气压,需要控制蒸发温度  $T_z$ 。为了防止晶界渗入元素的蒸汽损失,造成过多的浪费,应将母合金鳞片和蒸发器放在一个相对密封的容器中。

[0040] 完成晶界渗入处理后,在晶界渗入处理装置中充入约 80 ~ 200kPa 的氩气进行强制冷却,物料温度小于 40℃以后,出料。

[0041] 5) 粗破碎 - 粗破碎可以选用氢破碎工艺,合金片进入氢处理炉内进行氢破碎,并在 200 ~ 600℃的温度脱氢至压力 <10Pa;然后充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃后出料,出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量应小于 200ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中。

[0042] 6) 晶界渗入处理也可以选在此时,对粗破碎后的粉末进行,具体的实施方法与第 4 步相同,但是由于此时物料的尺寸更小,活性更大,晶界元素渗入时需要将渗入温度  $T_s$  控制在 200 ~ 850℃,同时间也应相应的缩短,一般需要 0.5 ~ 20 小时即可。

[0043] 7) 细破碎:细破碎可以选用气流磨工艺,将经过晶界渗入和氢破碎处理的粉末在惰性气体或氩气保护下送入气流磨进行微粉碎,终获得分布适宜的 R-Fe-B 粉末,平均粒径  $d=2 \sim 4 \mu m$ ;为了最大程度的利用渗入元素,将超细粉收集到正常粉料中,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,尽可能的尽少超细粉的损失;

[0044] 8) 压型:在惰性气体或  $N_2$  气保护的磁取向成型装置中成型,压坯密度控制在  $4.0g/cm^3$  以上;成型装置中的取向磁场强度控制在 1.5T (特斯拉)以上,成型装置内气氛氧含量控制在 200ppm 以下。

[0045] 9) 烧结:压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在 200 ~ 800℃的温度下进行 2 ~ 10 小时的脱腊脱气处理,然后在 900 ~ 1060℃的某一温度下进行 1 ~ 4hr 烧结;在烧结过程中让渗入晶界的物质进一步的沿晶界均匀分布,同时发生固液相变反应  $L(Rh) + S(Nd_2Fe_{14}B) \rightarrow L(Nd) + Rh_2Fe_{14}B$ ,在主相晶粒的四周形成一层均匀的 5 ~ 50nm 厚度的具有高各项异性场 HA 的  $Rh_2Fe_{14}B$  相,重而大大提高磁体的内禀矫顽力及一致性。

[0046] 10) 热处理:对烧结毛坯进行  $900^\circ C \times 1 \sim 5hr$  和  $450 \sim 600^\circ C \times 1 \sim 6hr$  的热处理,热处理在真空或氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产。

[0047] 11) 机加工:根据不同需要对烧结稀土永磁材毛坯进行加工;。

[0048] 12) 表面处理:根据不同需要对烧结稀土永磁材毛坯加工后的黑片进行表面处理。

[0049] 虽然“粒界渗入”技术能够制备性能较为优异的烧结稀土永磁材料,但其无法制备大尺寸材料。现有技术可以满足生产大尺寸烧结稀土永磁材料的要求,其制备方法是将在配料步骤时混入原料中,然后再进行熔炼、粗破碎、细破碎等步,该方法与本发明在相同工艺参数的条件下所制备的烧结稀土永磁材料的性能对比如下(实施例为本发明所述的制备方法,对比例为现有技术的制备方法)。

[0050] 实施例 1

[0051] 采用配方重量百分比为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$  的配方,其中  $x=29.5\%$ ,  $z=0.95\%$ ,晶界渗入在熔炼与粗破碎之间进行,渗入元素为 Dy,渗入重量百分比为 0.7%。

[0052] 首先选取纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,按配方比例重量百分比  $(Nd+Pr)_{29.5}(Co_{0.4}Cu_{0.1}Ga_{0.1}Al_{0.1}Zr_{0.12})B_{0.95}Fe_{68.73}$  配料,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到 1470℃时,以每秒 1m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0053] 将母合金鳞片进行适当的破碎,放入晶界渗入处理装置内,进行抽真空脱气,真空

度小于 20Pa 时,将母合金鳞片加热到 300℃,保持 30 分钟,进行真空脱气处理,此时真空度低于 0.1Pa,在加热过程中不断的对母合金鳞片进行搅动翻转,使其均匀受热。同时对 Dy 金属加热到 300℃,在真空度为 0.1Pa 下保持 30 分钟,进行真空脱气处理。脱气处理结束时晶界渗入处理装置内的真空度达到 0.002Pa。

[0054] 母合金鳞片和晶界渗入元素原料进行充分脱气后,将母合金鳞片加热到  $T_s=800^\circ\text{C}$  并进行保温,同时采用独立的加热蒸发装置将晶界渗入元素 Dy 金属加热到  $T_z=800^\circ\text{C}$ ,进行 Dy 蒸发,通过控制蒸发温度  $T_z$ ,来控制 Dy 的蒸发速度,真空度控制在 0.03 ~ 0.2Pa。此时 Dy 蒸汽,与不断被翻动或搅动的母合金进行接触,沿母合金鳞片液化的富 Nd 相不断的渗入。晶界渗入处理持续 12 小时,然后在晶界渗入处理装置中充入约 110kPa 的氩气进行强制冷却,物料温度小于 40℃时出料。

[0055] 将晶界渗 Dy 处理后的烧结稀土永磁材料母合金送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 80 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在 580℃的温度脱氢至氢压 <10Pa;充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃后出料。出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量小于 200ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氮气气流磨进行细粉碎,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径为 3.1  $\mu\text{m}$  的 R-Fe-B 粉末,加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氮气保护的密封容器中混料 180min;在  $\text{N}_2$  保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为 L52mm×H52mm×W25mm, W25mm 为取向方向,压坯密度 4.32g/cm<sup>3</sup>;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在 200 ~ 800℃的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理,然后进行 1030℃ × 4hr 烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行 900℃ × 3hr 和 580℃ × 6hr 的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产。之后可根据需要,对磁体进行加工及表面处理,生产各种形状及尺寸的烧结稀土永磁材料。

[0056] 在上述烧结稀土永磁材料毛坯上加工 D10-10mm 的样柱,称作 M1,进行性能测试。表 1 给出了 M1 的各项磁性能指标。

[0057] 对比例 1

[0058] 采用配方重量百分比为  $\text{R}_x\text{T}_y\text{B}_z\text{Fe}_{(100-x-y-z)}$  的配方,直接将 0.7% 重量的 Dy 元素在熔炼时加入,相应将 Fe 的重量百分比减少 0.7%,其它元素的重量百分比不变,具体配方为  $(\text{Nd}+\text{Pr}+\text{Dy})_{30.2}(\text{Co}_{0.4}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.1}\text{Al}_{0.1}\text{Zr}_{0.12})\text{B}_{0.95}\text{Fe}_{68.03}$ 。

[0059] 首先提供纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,按配方比例重量百分比  $(\text{Nd}+\text{Pr}+\text{Dy})_{30.2}(\text{Co}_{0.4}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.1}\text{Al}_{0.1}\text{Zr}_{0.12})\text{B}_{0.95}\text{Fe}_{68.03}$  配料,其中 Dy 的重量百分比为 0.7%,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到 1470℃时,以每秒 1m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0060] 将烧结稀土永磁材料母合金直接送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 80 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在 580℃的温度脱氢至压力 <10Pa;充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃后出料。出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量小于 200ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氮气气流磨进行微粉碎,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径 3.1  $\mu\text{m}$  R-Fe-B 粉末,



加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氮气保护的密封容器中混料 180min;在  $N_2$  保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为  $L52\text{mm} \times H52\text{mm} \times W25\text{mm}$ ,  $W25\text{mm}$  为取向方向,压坯密度  $4.32\text{g}/\text{cm}^3$ ;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在  $200 \sim 800^\circ\text{C}$  的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理,然后进行  $1030^\circ\text{C} \times 4\text{hr}$  烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行  $900^\circ\text{C} \times 3\text{hr}$  和  $580^\circ\text{C} \times 6\text{hr}$  的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产,然后加工  $D10-10\text{mm}$  的样柱,称作 M2,进行性能测试。表 1 给出了 M1 和 M2 各项磁性能指标对比。可以看出, M1 与 M2 对比,剩磁  $B_r$  提高 0.09KGs,内禀矫顽力  $H_{c_j}$  高出 7.90K0e。

[0061] 表 1 M1 和 M2 各项磁性能指标对比

[0062]

| 性能                         | 磁体 M1 | 磁体 M2 |
|----------------------------|-------|-------|
| $B_r$ (KGs)                | 14.51 | 14.42 |
| $H_{c_j}$ (K0e)            | 21.42 | 13.52 |
| 最大磁能积 $(BH)_{\max}$ (MG0e) | 51.06 | 50.16 |
| 磁体中 Dy 含量 (Wt%)            | 0.67  | 0.69  |
| 磁体氧含量 ppm (Wt%)            | 653   | 586   |

[0063] 实施例 2

[0064] 采用配方重量百分比为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$  的配方,其中 R 代表的稀土元素中不添加重稀土元素 Dy 和 Tb,  $x=30.5\%$ ,  $z=0.95\%$ ,在熔炼后的稀土永磁材料母合金鳞片中进行晶界元素渗入,渗入元素为 Al,渗入重量百分比为 0.18%。

[0065] 首先提供纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,按配方比例重量百分比  $(Nd+Pr)_{30.5}(Co_{0.4}Cu_{0.1}Ga_{0.1}Zr_{0.12})B_{0.95}Fe_{67.83}$  配料,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到  $1470^\circ\text{C}$  时,以每秒 1m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0066] 将母合金鳞片进行适当的破碎,放入晶界渗入处理装置内,进行抽真空脱气,真空度小于 20Pa 时,将母合金鳞片加热到  $300^\circ\text{C}$ ,保持 30 分钟,进行真空脱气处理,此时真空度低于 0.1Pa,在加热过程中不断的对母合金鳞片进行搅动翻转,使其均匀受热。同时对 Al 金属加热到  $100^\circ\text{C}$ ,在真空度为 5Pa 下保持 200 分钟,进行真空脱气处理。脱气处理结束时晶界渗入处理装置内的真空度达到 10Pa。

[0067] 对母合金鳞片和晶界渗入元素原料进行充分的脱气后,将母合金鳞片加热到  $T_s=800^\circ\text{C}$  并进行保温,同时采用独立的加热蒸发装置将晶界渗入元素 Al 金属加热到  $200^\circ\text{C}$ ,进行 Al 蒸发,通过控制蒸发温度  $T_z$ ,来控制 Al 的蒸发速度,真空度控制在 0.03 ~ 0.2Pa。此时 Al 蒸汽,与不断被翻动或搅动的母合金进行接触,沿母合金鳞片液化的富 Nd 相不断的渗入。晶界渗入处理持续 40 小时,然后在晶界渗入处理装置中充入约 110kPa 的氩气进行强制冷却,物料温度小于  $40^\circ\text{C}$  出料。

[0068] 将晶界渗入 Al 处理后的烧结稀土永磁材料母合金送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 80 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在  $580^\circ\text{C}$  的温度脱氢至压力  $<10\text{Pa}$ ;充入氩气进行强制冷却,温度低  $40^\circ\text{C}$  后出料。出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量小于 200ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氮气气流磨进行微粉碎,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径  $3\mu\text{m}$  的

R-Fe-B 粉末,加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氮气保护的密封容器中混料 180min;在氮气保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为 L52mm×H52mm×W25mm, W25mm 为取向方向,压坯密度 4.32g/cm<sup>3</sup>;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在 200 ~ 800℃ 的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理,然后进行 900℃ × 4hr 烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行 900℃ × 3hr 和 580℃ × 6hr 的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产。之后可根据需要,对磁体进行加工及表面处理,生产各种形状及尺寸的烧结稀土永磁材料。

[0069] 在上述烧结稀土永磁材料毛坯上加工 D10-10mm 的样柱,称作 M3,进行性能测试。表 2 给出了 M3 和各项磁性能指标。

[0070] 对比例 2

[0071] 采用配方重量百分比为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$  的配方,直接将 0.18% 重量的 Al 元素在熔炼时加入,相应将 Fe 的重量百分比减少 0.18%,其它元素的重量百分比不变,具体配方为  $(Nd+Pr)_{30.5}(Co_{0.4}Cu_{0.1}Al_{0.2}Ga_{0.1}Zr_{0.12})B_{0.95}Fe_{67.63}$ 。

[0072] 首先提供纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,按配方比例重量百分比  $(Nd+Pr)_{30.5}(Co_{0.4}Cu_{0.1}Al_{0.2}Ga_{0.1}Zr_{0.12})B_{0.95}Fe_{67.63}$  配料,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到 1470℃ 时,以每秒 1m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0073] 将烧结稀土永磁材料母合金直接送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 80 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在 580℃ 的温度脱氢至压力 <10Pa;充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃ 后出料。出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量小于 200ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氮气气流磨进行微粉碎,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径 3 μm 的 R-Fe-B 粉末,加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氮气保护的密封容器中混料 180min;在氮气保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为 L52mm×H52mm×W25mm, W25mm 为取向方向,压坯密度 4.32g/cm<sup>3</sup>;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在 200 ~ 800℃ 的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理,然后进行 1040℃ × 4hr 烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行 900℃ × 3hr 和 580℃ × 6hr 的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产,然后加工 D10-10mm 的样柱,称作 M4,进行性能测试。表 2 给出了 M3 和 M4 各项磁性能指标对比。可以看出, M3 与 M4 对比,剩磁 Br 提高了 0.14KGS,内禀矫顽力 Hc<sub>j</sub> 高出 3.94KOe。当选择 Al 作为晶界渗入元素时,在不使用较贵重的重稀土 Dy 或 Tb 的情况下,可以生产出较高 Hc<sub>j</sub> 的永磁体。

[0074] 表 2 M3 和 M4 各项磁性能指标对比

[0075]

| 性能                               | 磁体 M3 | 磁体 M4 |
|----------------------------------|-------|-------|
| Br (KGS)                         | 14.38 | 14.24 |
| Hc <sub>j</sub> (KOe)            | 15.96 | 12.02 |
| 最大磁能积 (BH) <sub>max</sub> (MGOe) | 50.14 | 49.02 |
| 磁体中 Al 含量 (Wt%)                  | 0.18  | 0.23  |
| 磁体氧含量 ppm (Wt%)                  | 624   | 549   |

[0076] 实施例 3

[0077] 本实施例采用配方重量百分比为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$  的配方, 其中  $x=28.5\%$ ,  $z=0.97\%$ , 在第 6 步, 即氢破碎后进行晶界元素渗入, 渗入元素为 Dy, 渗入重量百分比为 2.97%。

[0078] 提供纯度大于 99wt% 的原材料, 并进行 10 ~ 60min 抛丸处理, 按配方比例重量百分比  $(Nd+Pr)_{28.5}(Co_{1.5}Cu_{0.1}Ga_{0.1}Al_{0.1}Zr_{0.08}Ti_{0.04})B_{0.97}Fe_{68.61}$  配料, 将配好的原料, 在真空带坯连铸炉内熔化, 当合金熔液温度达到 1470℃ 时, 以每秒 1.2m/s 的辊轮的线速度, 进行鳞片浇铸, 浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min, 冷却过程中不断的对鳞片进行翻动, 得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的烧结稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0079] 本实施例采用在第 6 步, 即氢破碎后进行晶界元素渗入。先将烧结稀土永磁材料母合金送入氢破碎炉, 充分抽真空脱气后充入 80 ~ 90kPa 的氢气, 吸氢 120min, 然后在 580℃ 的温度脱氢至氢压 <10Pa; 充入氩气进行强制冷却, 温度低 40℃ 后出料。

[0080] 将经过氢破碎的烧结稀土永磁材料的母合金粉, 在氧含量 200ppm 以的惰性气体或氮气保护下放入晶界渗入处理装置内, 进行抽真空脱气, 真空度小于 20Pa 时, 将母合金粉加热到 300℃, 保持 30 分钟, 进行真空脱气处理, 此时真空度低于 9Pa, 在加热过程中不断的对母合金粉进行搅动或翻转, 使其均匀受热。同时对 Dy 金属加热到 400℃, 在真空度为 1Pa 下保持 200 分钟, 进行真空脱气处理。脱气处理结束时晶界渗入处理装置内的真空度达到 0.005Pa。

[0081] 母合金粉和晶界渗入元素原料进行充分脱气后, 将母合金粉加热到  $T_s=600^\circ\text{C}$  并进行保温, 同时采用独立的加热蒸发装置将晶界渗入元素 Dy 金属加热到  $T_z=1060^\circ\text{C}$ , 进行 Dy 蒸发, 通过控制蒸发温度  $T_z$ , 来控制 Dy 的蒸发速度, 真空度控制在 0.03 ~ 0.5Pa。此时 Dy 蒸汽, 与不断被翻动或搅动的母合金氢破碎粉进行接触, 沿母合金粉液化的富 Nd 相及微裂纹不断的渗入。晶界渗入处理持续 18 小时, 然后在晶界渗入处理装置中充入约 110kPa 的氩气进行强制冷却, 物料温度小于 40℃ 出料。

[0082] 出料应在惰性气体的环境下进行, 与物料接触的气氛的氧含量小于 200ppm, 并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中, 利用氮气气流磨进行微粉碎, 采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置, 获得平均粒径为 2.95  $\mu\text{m}$  的 R-Fe-B 粉末, 加入 0.05% 重量的内润滑剂, 在氮气保护的密封容器中混料 180min; 在  $N_2$  气保护的磁取向成型装置中成型, 毛坯尺寸为  $L52\text{mm}\times H52\text{mm}\times W25\text{mm}$ ,  $W25\text{mm}$  为取向方向, 压坯密度 4.29g/cm<sup>3</sup>; 成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉); 压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉, 先在 200 ~ 800℃ 的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理, 然后进行 1060℃ × 5hr 烧结, 烧结时充入约 20kPa 的氩气; 进行 900℃ × 3hr 和 550℃ × 6hr 的热处理, 热处理在 20kPa 氩气气氛下进行, 出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产。之后可根据需要, 对磁体进行加工及表面处理, 生产各种形状及尺寸的烧结稀土永磁材料。

[0083] 在上述烧结稀土永磁材料毛坯上加工 D10-10mm 的样柱, 称作 M5, 进行性能测试。表 3 给出了 M5 的各项磁性能指标。

[0084] 对比例 3

[0085] 采用配方重量百分比为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$  的配方, 直接将 2.97% 重量的 Dy 元素在熔炼时加入, 相应将 Fe 的重量百分比减少 2.97%, 其它元素的重量百分比不变, 具体配方为  $(Nd+Pr+Dy)_{31.5}(Co_{1.5}Cu_{0.1}Ga_{0.1}Al_{0.1}Zr_{0.08}Ti_{0.04})B_{0.97}Fe_{65.61}$ , 其中 Dy 的重量百分比为 2.97%。

[0086] 提供纯度大于 99wt% 的原材料, 并进行 10 ~ 60min 抛丸处理, 按配方比例重量百

分比(Nd+Pr+Dy)<sub>31.5</sub>(Co<sub>1.5</sub>Cu<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.1</sub>Al<sub>0.1</sub>Zr<sub>0.08</sub>Ti<sub>0.04</sub>)B<sub>0.97</sub>Fe<sub>65.61</sub> 配料,其中 Dy 的重量百分比为 2.97%,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到 1470℃时,以每秒 1.2m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0087] 将烧结稀土永磁材料母合金直接送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 89 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在 580℃的温度脱氢至压力 <10Pa;充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃后出料。出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量应 150ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氮气气流磨进行微粉碎,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径 2.95 μm R-Fe-B 粉末,加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氮气保护的密封容器中混料 180min;在氮气保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为 L52mm×H52mm×W25mm,W25mm 为取向方向,压坯密度 4.29g/cm<sup>3</sup>;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在 200 ~ 800℃的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理,然后进行 1060℃×5hr 烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行 900℃×3hr 和 550℃×6hr 的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产,然后加工 D10-10mm 的样柱,称作 M6,进行性能测试。表 3 给出了 M5 和 M6 各项磁性能指标对比。可以看出, M5 与 M6 对比,剩磁 Br 提高 0.30KGs,内禀矫顽力 Hc<sub>j</sub> 高出 8.76KOe。

[0088] 表 3 M5 和 M6 各项磁性能指标对比

[0089]

| 性能                               | 磁体 M5 | 磁体 M6 |
|----------------------------------|-------|-------|
| Br (KGs)                         | 14.06 | 13.76 |
| Hc <sub>j</sub> (KOe)            | 27.22 | 18.46 |
| 最大磁能积 (BH) <sub>max</sub> (MGoe) | 47.94 | 46.36 |
| 磁体中 Dy 含量 (Wt%)                  | 2.97  | 2.94  |
| 磁体氧含量 ppm (Wt%)                  | 736   | 546   |

[0090] 实施例 4

[0091] 本实施例采用配方重量百分比为 R<sub>x</sub>T<sub>y</sub>B<sub>z</sub>Fe<sub>(100-x-y-z)</sub>的配方,其中 x=28.5%,z=0.97%,在第 6 步,即氢破碎后进行晶界元素渗入,渗入元素为 Tb,渗入重量百分比为 2.48%,具本实施方式如下:

[0092] 提供纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,按配方比例重量百分比(Nd+Pr+Dy)<sub>28.5</sub>(Co<sub>2</sub>Cu<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.1</sub>Al<sub>0.1</sub>Nb<sub>0.12</sub>)B<sub>0.97</sub>Fe<sub>68.11</sub> 配料,其中 Dy 的重量百分比为 3.5%,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到 1440℃时,以每秒 1.2m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的烧结稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0093] 本实施例采用在第 6 步,即氢破碎后进行晶界元素渗入。先将烧结稀土永磁材料母合金送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 80 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在 580℃的温度脱氢至氢压 <10Pa;充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃后出料。

[0094] 将经过氢破碎的烧结稀土永磁材料的母合金粉,在氧含量 200ppm 以的惰性气体或氮气保护下放入晶界渗入处理装置内,进行抽真空脱气,真空度小于 20Pa 时,将母合金

粉加热到 300℃,保持 30 分钟,进行真空脱气处理,此时真空度低于 9Pa,在加热过程中不断的对母合金粉进行搅动或翻转,使其均匀受热。

[0095] 本实施例中选用重量百分比纯度为 99.3% 的金属 Tb 为晶界渗入元素。同时对 Tb 金属进行 300℃ × 30Mmin 真空脱气处理。脱气处理结束时晶界渗入处理装置内的真空度达到 0.002Pa。

[0096] 母合金粉和晶界渗入元素原料进行充分脱气后,将母合金粉加热到  $T_s=600^{\circ}\text{C}$  并进行保温,同时采用独立的加热蒸发装置将晶界渗入元素 Tb 金属加热到  $T_z=1050^{\circ}\text{C}$ ,进行 Tb 蒸发,通过控制蒸发温度  $T_z$ ,来控制 Tb 的蒸发速度,真空度控制在 0.03 ~ 0.5Pa。此时 Tb 蒸汽,与不断被翻动或搅动的母合金氢破碎粉进行接触,沿母合金粉液化的富 Nd 相及微裂纹不断的渗入。晶界渗入处理持续 16 小时,然后在晶界渗入处理装置中充入约 110kPa 的氩气进行强制冷却,物料温度小于 40℃ 出料。

[0097] 出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量小于 200ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氦气流磨进行微粉碎,采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径为 3.15  $\mu\text{m}$  的 R-Fe-B 粉末,加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氦气保护的密封容器中混料 180min;在氦气保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为 L52mm × H52mm × W25mm, W25mm 为取向方向,压坯密度 4.29g/cm<sup>3</sup>;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在 200 ~ 800℃ 的温度下进行 8 小时的脱脂脱气处理,然后进行 1040℃ × 5hr 烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行 900℃ × 3hr 和 530℃ × 6hr 的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产。之后可根据需要,对磁体进行加工及表面处理,生产各种形状及尺寸的烧结稀土永磁材料。

[0098] 在上述烧结稀土永磁材料毛坯上加工 D10-10mm 的样柱,称作 M7,进行性能测试。表 4 给出了 M7 的各项磁性能指标。

[0099] 对比例 4

[0100] 采用配方重量百分比为  $R_xT_yB_zFe_{(100-x-y-z)}$  的配方,直接将 2.48% 重量的 Dy 元素在熔炼时加入,相应将 Fe 的重量百分比减少 2.48%,其它元素的重量百分比不变,具体配方为  $(Nd+Pr+Dy+Tb)_{31.0}(Co_{1.5}Cu_{0.1}Ga_{0.1}Al_{0.1}Nb_{0.12})B_{0.97}Fe_{66.11}$  配料,其中 Dy 的重量百分比为 3.5%, Tb 的重量百分比为 2.5%,其中 Dy 的重量百分比为 2.97%,采用传统的如图 4 的生产工艺生产,在 HD 后不进行晶界元素渗入处理,具体实施方法如下:

[0101] 提供纯度大于 99wt% 的原材料,并进行 10 ~ 60min 抛丸处理,按配方比例重量百分比  $(Nd+Pr+Dy+Tb)_{31.0}(Co_{1.5}Cu_{0.1}Ga_{0.1}Al_{0.1}Nb_{0.12})B_{0.97}Fe_{66.11}$  配料,其中 Dy 的重量百分比为 3.5%, Tb 的重量百分比为 2.5%,将配好的原料,在真空带坯连铸炉内熔化,当合金熔液温度达到 1440℃ 时,以每秒 1.2m/s 的辊轮的线速度,进行鳞片浇铸,浇铸完成后充入约 80kPa 的氩气进行强制冷却 60 ~ 180min,冷却过程中不断的对鳞片进行翻动,得到 0.2 ~ 0.5mm 厚的稀土永磁材料的母合金鳞片。

[0102] 将烧结稀土永磁材料母合金直接送入氢破碎炉,充分抽真空脱气后充入 89 ~ 90kPa 的氢气,吸氢 120min,然后在 580℃ 的温度脱氢至压力 <10Pa;充入氩气进行强制冷却,温度低 40℃ 后出料。出料应在惰性气体的环境下进行,与物料接触的气氛的氧含量应 150ppm,并将回收后的物料放在惰性气体保护的密闭容器中,利用氦气流磨进行微粉碎,

采用旋风分离和过滤器组合的二级粉料回收装置,获得平均粒径  $3.15\ \mu\text{m}$  R-Fe-B 粉末,加入 0.05% 重量的内润滑剂,在氮气保护的密封容器中混料 180min;在氮气保护的磁取向成型装置中成型,毛坯尺寸为  $L52\text{mm}\times H52\text{mm}\times W25\text{mm}$ ,  $W25\text{mm}$  为取向方向,压坯密度  $4.32\text{g}/\text{cm}^3$ ;成型装置中的取向磁场强度 2T (特斯拉);压坯在氧含量低于 200ppm 的环境下进入烧结炉,先在  $200\sim 800^\circ\text{C}$  的温度下进行 8 小时的 脱脂脱气处理,然后进行  $1040^\circ\text{C}\times 5\text{hr}$  烧结,烧结时充入约 20kPa 的氩气;进行  $900^\circ\text{C}\times 3\text{hr}$  和  $530^\circ\text{C}\times 6\text{hr}$  的热处理,热处理在 20kPa 氩气气氛下进行,出炉后即完成烧结稀土永磁材料毛坯的生产,然后加工  $D10-10\text{mm}$  的样柱,称作 M8,进行性能测试。表 4 给出了 M7 和 M8 各项磁性能指标对比。可以看出,M7 与 M8 对比,剩磁  $B_r$  提高 0.37KGs,内禀矫顽力  $H_{c_j}$  高出 9.54K0e。

[0103] 表 4 M7 和 M8 各项磁性能指标对比

[0104]

| 性能                               | 磁体 M7 | 磁体 M8 |
|----------------------------------|-------|-------|
| $B_r$ (KGs)                      | 13.19 | 12.82 |
| $H_{c_j}$ (K0e)                  | 39.67 | 30.13 |
| 最大磁能积 $(BH)_{\text{max}}$ (MG0e) | 41.86 | 39.60 |
| 磁体中 Dy 含量 (Wt%)                  | 3.46  | 3.47  |
| 磁体中 Tb 含量 (Wt%)                  | 2.48  | 2.49  |
| 磁体氧含量 ppm (Wt%)                  | 774   | 582   |

[0105] 说明:M7 磁体的  $H_{c_j}$  值 42.17K0e 为强脉冲磁场开路测量所得。从实施例 1~4 中得到的烧结稀土永磁材料毛坯尺寸为  $L52\text{mm}\times H52\text{mm}\times W25\text{mm}$  可以看出,本发明在降低大量重稀土用量,大幅提高  $H_{c_j}$  的情况下,解决了如图 3 所示的工艺方法无法造制大尺寸磁体的问题。同时采用本发明的方法,在烧结稀土永磁材料毛坯成分基本相同的情况下,能进一步提高磁体的剩磁。

[0106] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

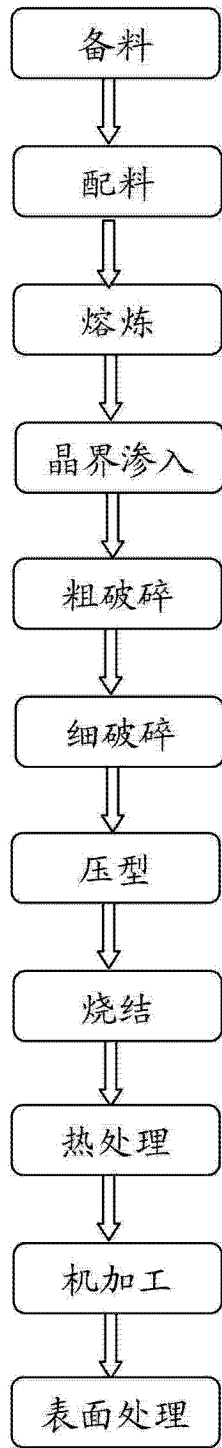


图 1

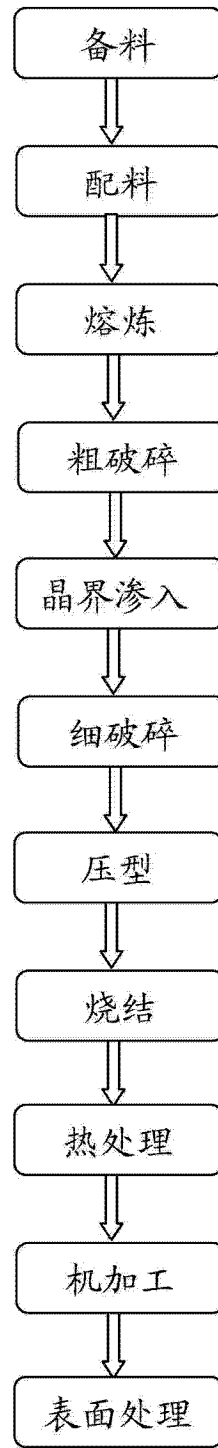


图 2

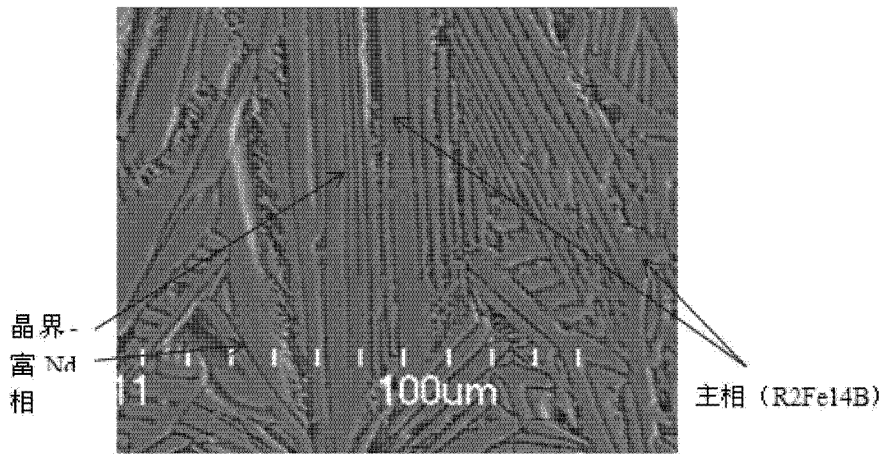


图 3

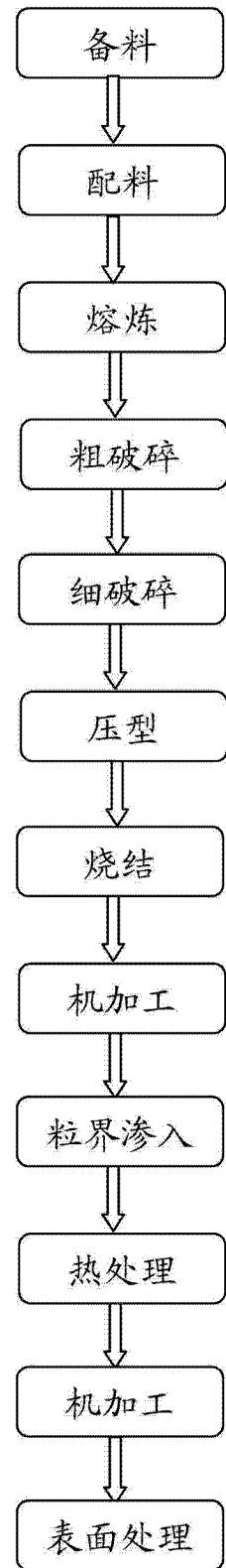


图 4



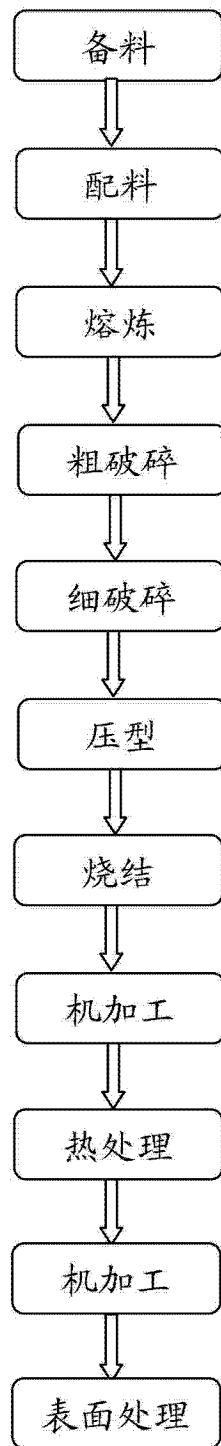


图 5