



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105234391 A

(43) 申请公布日 2016. 01. 13

(21) 申请号 201510771383. 7

(22) 申请日 2015. 11. 12

(71) 申请人 苏州萨伯工业设计有限公司

地址 215000 江苏省苏州市相城区元和街道
采莲路 786 号

(72) 发明人 张苏 丁会

(51) Int. Cl.

B22F 1/00(2006. 01)

B22F 3/16(2006. 01)

B22F 3/24(2006. 01)

C22C 38/16(2006. 01)

C22C 33/02(2006. 01)

H01F 1/053(2006. 01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料
的方法

(57) 摘要

在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料
的方法,将收集的废旧磁钢按照同批次同型号所
含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类的分类标准
进行预分类,得预处理磁体材料,并对获得的预处
理磁体材料直接进行氢碎制粉,得稀土氢碎磁粉;
而后对稀土氢碎磁粉进行取样分析,再根据需要
在稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉,最后通
过静压、烧结、退火制备出所需的稀土永磁材料,
有效解决了各组分的熔点不同和人为操作因素而
导致熔炼后得的合金锭产生偏析问题,进行预分
类不仅节省回收废旧磁钢的时间,且减少提取稀
土元素的工艺步骤;并在预处理磁体材料中添加
液相钦,有利于促使钕铁硼磁体及最大磁能积提
高而稀土总量消耗降低,有效降低原料成本。

1. 在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其特征在于，具体步骤如下：

1) 将收集的废旧磁钢按照磁钢中所含稀土元素进行预分类，预分类的标准为同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类，得预处理磁体材料；

2) 根据制备的稀土永磁材料，对步骤 1) 中获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉，得稀土氢碎磁粉；

3) 对步骤 2) 中获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析，得稀土磁粉组分参数；

4) 根据步骤 3) 中分析得到的稀土磁粉组分参数，在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉，混合粉的质量百分比：95～97% 稀土氢碎磁粉、3～5% 液相钦；

5) 将步骤 4) 中获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末，且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化，并对前后磨出的粉进行混合搅拌；

6) 将步骤 5) 中获得的细粉末通过模压加等静压法压制成压坯；

7) 将步骤 6) 中获得的压坯置于真空烧结炉中烧结并进行保温；

8) 将步骤 7) 中烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至 300℃～360℃，再升温至第一段热处理并进行保温，而后继续降温至 300℃～360℃，最后升温至第二段热处理并进行保温，并对两段热处理分别进行回火，以获得稀土永磁材料坯体；

9) 将步骤 8) 中获得的稀土永磁材料坯体，根据实际需求进行机械加工切割并精磨，同时预留进行电镀的尺寸，即得稀土永磁材料。

2. 根据权利要求 1 所述的在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其特征在于，所述步骤 5) 中，细粉末平均粒度为 2.4～3.2 μm。

3. 根据权利要求 1 所述的在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其特征在于，所述步骤 6) 中，等静压的压力为 230～280MPa。

4. 根据权利要求 1 所述的在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其特征在于，所述步骤 7) 中，烧结温度为 1070℃～1095℃。

5. 根据权利要求 1 所述的在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其特征在于，所述步骤 7) 中，保温时间为 200 分钟。

6. 根据权利要求 1 所述的在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其特征在于，所述步骤 8) 中，第一段热处理温度为 900℃～920℃，保温时间为 90 分钟；第二段热处理温度为 530℃～620℃，保温时间为 200 分钟。

7. 根据权利要求 1～6 任一项所述的在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，制备的稀土永磁材料，其特征在于，包括钕、镨、钬、硼、铜、铝、钇及铁；各组分质量百分比为：10～20% 钕，8～15% 镨，5～20% 钫，0.5～1.2% 硼，0～0.25% 铜，0～0.8% 铝，0.2～3% 钇，39～76% 铁，且铁为铁及不可避免的杂质。

在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及稀土永磁材料技术领域，尤其涉及一种在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法。

背景技术

[0002] 近年来，随着稀土永磁材料应用领域的不断扩展，对原材料的需求越来越大，但因稀土开采的成本较高且随着国家调控力度的加大，其材料成本也逐渐加大。而在当前价格涨幅过大的情况下，下游企业的价格承受能力比较有限，因此部分下游企业选择使用较便宜的铁氧体或铝镍钴、钐钴等材料代替钕铁硼磁体原材料中的稀土，这给钕铁硼磁体市场带来较大的不稳定性。同时因钕铁硼磁体材料脆性高，规格杂，在电镀过程中极易出现缺角和尺寸不良等问题；进而导致电镀后钕铁硼磁体的报废量非常大，仅是成品外观与尺寸的报废率就在2～5%之间，且由于客户其他方面特殊要求也时常导致发生不良报废现象。

[0003] 目前针对废旧磁钢的回收与再利用的工艺方法是：将收集的所有废旧磁钢混为一体，未进行预分类，而统一返回至回收容器，在回收容器将废旧磁钢中所含的各种稀土元素逐一提取，而后根据所需制备的稀土永磁材料再次进行加工。这种工艺方法虽然对废旧磁钢进行了再利用，但是其提取工序复杂，且需针对不同稀土元素熔点调整回收容器的各种工艺参数，以满足不同稀土元素的提取工艺要求，这对回收容器的设备提出了更高的要求。同时再次进行加工时，将回收得到单一的稀土金属氧化物，在后道经配比冶炼等各道工艺后得到要求制备的永磁材料，而采用该工艺制得的永磁体有着诸多的缺陷，生产过程难以控制，人为因素较多，进而影响批量生产的质量。此外，现有生产工艺生产的永磁材料实际矫顽力低、工作温度稳定性较低，且抗腐蚀性能弱，成为限制其发展和应用的主要因素。

[0004] 而通过稀土元素制备的稀土永磁材料，具有高催化活性、高磁性、超导性、光电转化、光磁记忆、高储氢量、耐蚀耐磨等特性；因此，如何在不改变稀土永磁材料特性的前提下提高稀土永磁材料的抗弯强度、硬度及抗冲击韧性，同时避免后续熔炼时的合金锭材料产生偏析，并降低对生产设备的技术要求已经成为本领域技术人员亟待解决的重要问题。

发明内容

[0005] 本发明所解决的技术问题在于提供一种在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，以解决上述背景技术中的缺点。

[0006] 本发明所解决的技术问题采用以下技术方案来实现：

[0007] 在废旧磁钢中添加液相钦制备稀土永磁材料的方法，其具体步骤如下：

[0008] 1) 将收集的废旧磁钢按照磁钢中所含稀土元素进行预分类，预分类的标准为同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类，得预处理磁体材料；

[0009] 2) 根据制备的稀土永磁材料，对步骤1)中获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉，得稀土氢碎磁粉；

[0010] 3) 对步骤2)中获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析，得稀土磁粉组分参数；

[0011] 4) 根据步骤 3) 中分析得到的稀土磁粉组分参数, 在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉, 混合粉的质量百分比 : 95 ~ 97% 稀土氢碎磁粉、3 ~ 5% 液相钦 ;

[0012] 5) 将步骤 4) 中获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末, 且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化, 并对前后磨出的粉进行混合搅拌 ;

[0013] 6) 将步骤 5) 中获得的细粉末通过模压加等静压法压制成为压坯 ;

[0014] 7) 将步骤 6) 中获得的压坯置于真空烧结炉中烧结并进行保温 ;

[0015] 8) 将步骤 7) 中烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至 300℃ ~ 360℃, 再升温至第一段热处理并进行保温, 而后继续降温至 300℃ ~ 360℃, 最后升温至第二段热处理并进行保温, 并对两段热处理分别进行回火, 以获得稀土永磁材料坯体 ;

[0016] 9) 将步骤 8) 中获得的稀土永磁材料坯体, 根据实际需求进行机械加工切割并精磨, 同时预留进行电镀的尺寸, 即得稀土永磁材料。

[0017] 在本发明中, 所述步骤 5) 中, 细粉末平均粒度为 2.4 ~ 3.2 μm。

[0018] 在本发明中, 所述步骤 6) 中, 等静压的压力为 230 ~ 280MPa。

[0019] 在本发明中, 所述步骤 7) 中, 烧结温度为 1070℃ ~ 1095℃。

[0020] 在本发明中, 所述步骤 7) 中, 保温时间为 200 分钟。

[0021] 在本发明中, 所述步骤 8) 中, 第一段热处理温度为 900℃ ~ 920℃, 保温时间为 90 分钟 ; 第二段热处理温度为 530℃ ~ 620℃, 保温时间为 200 分钟。

[0022] 在本发明中, 通过将收集的废旧磁钢按照磁钢中所含稀土元素进行预分类, 即可得到即将处理的废旧磁钢中各种稀土元素的含量, 进而有效针对不同稀土元素熔点进行调整, 不仅节省回收废旧磁钢的时间, 且减少提取废旧磁钢中不同稀土元素的工艺步骤与降低对回收容器设备的要求, 同时也为生产与废旧磁钢同等型号的稀土永磁材料后道工序提供便利 ; 钦的加入有利于降低合金饱和磁化所需的外场, 同时用于减少合金液中的富钕相而增加钕铁硼主相 Nd₂Fe₁₄B 的比例, 从而实现使钕铁硼磁体及最大磁能积提高而稀土总量消耗降低, 有效降低原料成本。

[0023] 一种稀土永磁材料, 包括钕、镨、钬、硼、铜、铝、钇及铁 ; 各组分质量百分比为 : 10 ~ 20% 钕, 8 ~ 15% 镨, 5 ~ 20% 钫, 0.5 ~ 1.2% 硼, 0 ~ 0.25% 铜, 0 ~ 0.8% 铝, 0.2 ~ 3% 钇, 39 ~ 76% 铁, 且铁为铁及不可避免的杂质。

[0024] 有益效果 : 本发明将通过将收集的废旧磁钢按照磁钢中所含稀土元素进行预分类, 即可得到即将处理的废旧磁钢中各种稀土元素的含量, 进而有效针对不同稀土元素熔点进行调整, 不仅节省回收废旧磁钢的时间, 且减少提取废旧磁钢中不同稀土元素的工艺步骤与降低对回收容器设备的要求, 同时也为生产与废旧磁钢同等型号的合金永磁材料后道工序提供便利 ; 并通过分析得到的稀土磁粉组分参数, 在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉, 有效降低企业的生产成本, 且解决了传统熔炼过程中各组分的熔点不同和人为操作因素而导致熔炼后得的合金锭产生偏析的问题, 钫的加入有利于促使钕铁硼磁体及最大磁能积提高而稀土总量消耗降低, 有效降低原料成本 ; 钇的加入有利于提高合金锭的实际矫顽力, 同时减少钕、镨用量。

具体实施方式

[0025] 下面通过以下具体实施例对本发明进行详细描述。

[0026] 实施例 1

[0027] 一种稀土永磁材料,按如下表 1-1 进行配料:

[0028] 表 1-1 实施例 1 配方表

[0029]

组分	钕	镨	钬	钇	硼	铜	铝	铁	合计
重量 /kg	4.2	3.2	1.1	0.04	0.17	0.02	0.04	11.8	20.57
质量百分比 /%	20	15	8	0.2	0.5	0.1	0.2	56	100

[0030] 本实施例的上述稀土永磁材料的制备方法如下:

[0031] 将收集的废旧磁钢按照同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类的分类标准进行预分类,得预处理磁体材料;而后根据制备的稀土永磁材料,对获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉,得稀土氢碎磁粉;同时对获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析,得稀土磁粉组分参数,再根据分析得到的稀土磁粉组分参数,在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉,最后将获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末,且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化,并对前后磨出的粉进行混合搅拌,细粉末的平均粒度为 $2.4 \mu\text{m}$,依次将细粉末通过模压加等静压法压制成压坯,且等静压的压力为 230MPa,压坯密度为 4.3g/cm^3 ;待细粉末全部压制完毕后,将压坯置于真空烧结炉中烧结,烧结温度为 1070°C,并进行保温 200 分钟;而后将烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至 300°C,再升温至 900°C 并进行保温 90 分钟,再次降温至 300°C,在升温至 530°C 并进行保温 200 分钟,即获得稀土永磁材料坯体,最后根据实际需求对永磁材料坯体进行机械加工切割并精磨,同时预留进行电镀的尺寸,即得稀土永磁材料;其性能测试数据参见表 1-2。

[0032] 其中, Br 为剩磁, Hcb 为矫顽力, $(\text{B.H})_{\text{max}}$ 为磁能积, MPa 为抗弯强度。

[0033] 表 1-2 实施例 1 产品性能测试表

[0034]

项目	Br/kGs	Hcb/KOe	MPa	$(\text{B.H})_{\text{max}}/\text{MGoe}$
测试值	14.6	10.5	460	48

[0035] 实施例 2

[0036] 一种稀土永磁材料,按如下表 2-1 进行配料:

[0037] 表 2-1 实施例 2 配方表

[0038]

组分	钕	镨	钬	钇	硼	铜	铝	铁	合计
重量 /kg	3.8	2.5	1.68	0.15	0.2	0.02	0.04	12.2	20.59
质量百分比 /%	18	12	10	0.7	1	0.1	0.2	58	100

[0039] 本实施例的上述稀土永磁材料的制备方法如下:

[0040] 将收集的废旧磁钢按照同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类的

分类标准进行预分类,得预处理磁体材料;而后根据制备的稀土永磁材料,对获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉,得稀土氢碎磁粉;同时对获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析,得稀土磁粉组分参数,再根据分析得到的稀土磁粉组分参数,在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉,最后将获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末,且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化,并对前后磨出的粉进行混合搅拌,细粉末的平均粒度为 $2.5\mu\text{m}$;依次将细粉末通过模压加等静压法压制成压坯,且等静压的压力为240MPa,压坯密度为 4.4g/cm^3 ;待细粉末全部压制完毕后,将压坯置于真空烧结炉中烧结,烧结温度为1080℃,并进行保温200分钟;而后将烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至310℃,再升温至900℃并进行保温90分钟,再次降温至310℃,在升温至550℃并进行保温200分钟,即获得稀土永磁材料坯体,最后根据实际需求对稀土永磁材料坯体进行机械加工切割并精磨,同时预留进行电镀的尺寸,即得稀土永磁材料;其性能测试数据参见表2-2。

[0041] 表2-2 实施例2产品性能测试表

[0042]

项目	Br/kGs	Hcb/KOe	MPa	(B, H) max/MGOe
测试值	14.3	10.7	490	52

[0043] 实施例3

[0044] 一种稀土永磁材料,按如下表3-1进行配料:

[0045] 表3-1 实施例3配方表

[0046]

组分	钕	镨	钬	钇	硼	铜	铝	铁	合计
重量/kg	2.7	2.1	2.52	0.25	0.5	0.04	0.1	13.0	21.21
质量百分比/%	13	10	12	1.2	1.1	0.2	0.5	62	100

[0047] 本实施例的上述稀土永磁材料的制备方法如下:

[0048] 将收集的废旧磁钢按照同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类的分类标准进行预分类,得预处理磁体材料;而后根据制备的稀土永磁材料,对获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉,得稀土氢碎磁粉;同时对获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析,得稀土磁粉组分参数,再根据分析得到的稀土磁粉组分参数,在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉,最后将获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末,且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化,并对前后磨出的粉进行混合搅拌,细粉末的平均粒度为 $2.6\mu\text{m}$;依次将细粉末通过模压加等静压法压制成压坯,且等静压的压力为250MPa,压坯密度为 4.4g/cm^3 ;待细粉末全部压制完毕后,将压坯置于真空烧结炉中烧结,烧结温度为1085℃,并进行保温200分钟;而后将烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至320℃,再升温至910℃并进行保温90分钟,再次降温至320℃,在升温至570℃并进行保温200分钟,即获得稀土永磁材料坯体,最后根据实际需求对稀土永磁材料坯体进行机械加工切割并精磨,同时预留进行电镀的尺寸,即得稀土永磁材料;其性能测试数据参见表3-2。

[0049] 表3-2 实施例3产品性能测试表

[0050]

项目	Br/kGs	Hcb/KOe	MPa	(B. H) max/MGOe
测试值	14. 5	11. 2	530	54

[0051] 实施例 4

[0052] 一种稀土永磁材料,按如下表 4-1 进行配料:

[0053] 表 4-1 实施例 4 配方表

[0054]

组分	钕	镨	钬	钇	硼	铜	铝	铁	合计
重量 /kg	2. 1	1. 7	3. 1	2. 94	0. 6	0. 04	0. 2	13. 4	24. 08
质量百分比 /%	10	8	15	1. 4	1. 2	0. 2	0. 6	63. 6	100

[0055] 本实施例的上述稀土永磁材料的制备方法如下:

[0056] 将收集的废旧磁钢按照同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类的分类标准进行预分类,得预处理磁体材料;而后根据制备的稀土永磁材料,对获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉,得稀土氢碎磁粉;同时对获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析,得稀土磁粉组分参数,再根据分析得到的稀土磁粉组分参数,在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉,最后将获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末,且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化,并对前后磨出的粉进行混合搅拌,细粉末的平均粒度为 $2.8 \mu m$;依次将细粉末通过模压加等静压法压制成压坯,且等静压的压力为 240MPa,压坯密度为 $4.5g/cm^3$;待细粉末全部压制完毕后,将压坯置于真空烧结炉中烧结,烧结温度为 1090℃,并进行保温 200 分钟;而后将烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至 330℃,再升温至 915℃并进行保温 90 分钟,再次降温至 330℃,在升温至 590℃并进行保温 200 分钟,即获得稀土永磁材料坯体,最后根据实际需求对稀土永磁材料坯体进行机械加工切割并精磨,同时预留进行电镀的尺寸,即得稀土永磁材料;其性能测试数据参见表 4-2。

[0057] 表 4-2 实施例 4 产品性能测试表

[0058]

项目	Br/kGs	Hcb/KOe	MPa	(B. H) max/MGOe
测试值	14. 6	11. 3	515	49

[0059] 实施例 5

[0060] 一种稀土永磁材料,按如下表 5-1 进行配料:

[0061] 表 5-1 实施例 5 配方表

[0062]

组分	钕	镨	钬	钇	硼	铜	铝	铁	合计
重量 /kg	2. 1	1. 7	3. 8	0. 59	0. 6	0. 04	0. 2	12. 4	21. 43

质量百分比 /%	10	8	18	2.8	1.2	0.2	0.8	59	100
----------	----	---	----	-----	-----	-----	-----	----	-----

[0063] 本实施例的上述稀土永磁材料的制备方法如下：

[0064] 将收集的废旧磁钢按照同批次同型号所含稀土元素相同的废旧磁钢归为一类的分类标准进行预分类,得预处理磁体材料;而后根据制备的稀土永磁材料,对获得的预处理磁体材料直接进行氢碎制粉,得稀土氢碎磁粉;同时对获得的稀土氢碎磁粉进行取样分析,得稀土磁粉组分参数,再根据分析得到的稀土磁粉组分参数,在获得的稀土氢碎磁粉中添加液相钦得混合粉,最后将获得的混合粉通过氢碎、气流磨破碎成细粉末,且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化,并对前后磨出的粉进行混合搅拌,细粉末的平均粒度为 $3.0\text{ }\mu\text{m}$,同时可根据样品中的稀土组分比对值,针对所需制备的稀土永磁材料稀土组分与比例要求添加适量稀土组分以满足需求,且在进行气流磨时放入定量的空气进行钝化,并对前后磨出的粉进行混合搅拌;依次将细粉末通过模压加等静压法压制成为压坯,且等静压的压力为270MPa,压坯密度为 4.5 g/cm^3 ;待细粉末全部压制完毕后,将压坯置于真空烧结炉中烧结,烧结温度为 1095°C ,并进行保温200分钟;而后将烧结后的压坯在真空烧结炉中降温至 350°C ,再升温至 920°C 并进行保温90分钟,再次降温至 350°C ,在升温至 600°C 并进行保温200分钟,即获得稀土永磁材料坯体,最后根据实际需求对稀土永磁材料坯体进行机械加工切割并精磨,同时预留进行电镀的尺寸,即得稀土永磁材料;其性能测试数据参见表5-2。

[0065] 表 5-2 实施例 5 产品性能测试表

[0066]

项目	Br/kGs	Hcb/KOe	MPa	(B. H)max/MGOe
测试值	14.3	10.8	503	46

[0067] 以上显示和描述了本发明的基本原理和主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。