



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113963932 A

(43) 申请公布日 2022. 01. 21

(21) 申请号 202111225615.0

(22) 申请日 2021.10.21

(71) 申请人 中钢天源股份有限公司

地址 243000 安徽省马鞍山市雨山区霍里
山大道南段9号

(72) 发明人 郑大伟 周军 孙红军 宋伟

徐鹏 聂凯 翟厚勤 王海燕

(74) 专利代理机构 马鞍山市金桥专利代理有限

公司 34111

代理人 吴方舟

(51) Int. Cl.

H01F 41/02 (2006.01)

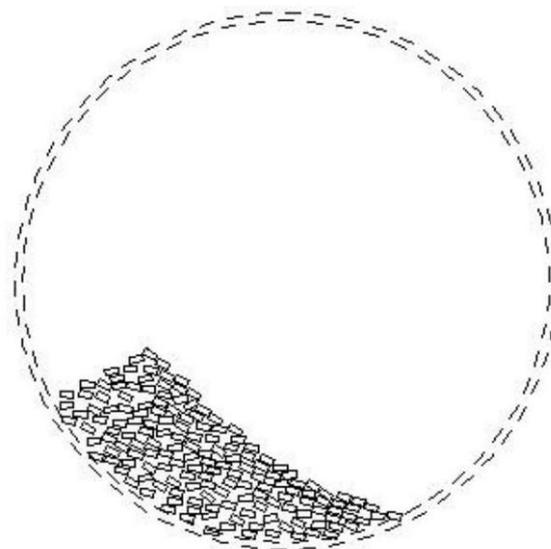
权利要求书2页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,涉及磁性材料技术领域,为解决较小尺寸产品晶界扩散工艺难以大批量生产的问题;本发明包括任意形状、任意尺寸的经表面活化处理后的R-T-B系烧结磁体,将所述烧结磁体放入滚筒状转动装置,进行一边转动一边附着的旋转式表面附着浆料,附着方式为向转动中的烧结磁体喷涂,或者将烧结磁体堆积的转动装置下部浸泡在浆料中使浆料浸渍烧结磁体;本发明实现了较小规格常规和异形产品的批量生产,生产效率高,产品性能一致性好,同时大大降低了对这类产品的重稀土用量,热处理后永磁体矫顽力大幅度提高,热减磁性能佳,产品外观良好。



1. 一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:包括任意形状、任意尺寸的经表面活化处理后的R-T-B系烧结磁体,将所述烧结磁体放入滚筒状转动装置,进行一边转动一边附着的旋转式表面附着浆料,附着方式为向转动中的烧结磁体喷涂,或者将烧结磁体堆积的转动装置下部浸泡在浆料中使浆料浸渍烧结磁体。

2. 根据权利要求1所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述转动装置为圆柱形转笼,且其表面为网状,转动装置的中心线水平,转动装置以中心线为转轴保持一个方向转动。

3. 根据权利要求2所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述转动装置内部的中心线处固定安装有一个喷枪或多个沿中心线等距分布的喷枪;转动装置设有抽送风系统用于预热和风干烧结磁体。

4. 根据权利要求3所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述转动装置转动时,烧结磁体在转动装置内部所占的弧面范围对应的圆心角为 β_1 ,喷枪的实际喷射角为 β_2 , $\beta_1 = 2\beta_2$ 且喷枪喷射范围包括烧结磁体沿转动方向的尾端。

5. 根据权利要求2所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述转动装置安装在溶液槽中,溶液槽设有进、出料口用于供、排浆料和调节溶液槽中的浆料高度;溶液槽还设有抽送风系统用于预热和风干烧结磁体;溶液槽底部还设有超声系统使附着均匀致密。

6. 根据权利要求5所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述转动装置浸泡在浆料中的部分对应的圆心角为 θ_1 ,转动装置转动时,烧结磁体在转动装置内部所占的弧面范围对应的圆心角为 θ_2 ,两个圆心角对应的弧沿转动方向的前端位置重合或相近。

7. 根据权利要求1至6任意一项所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述烧结磁体放入转动装置的同时放入适量辅助球体,辅助球体包括但不限于氧化锆球。

8. 根据权利要求1至6任意一项所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述烧结磁体放入转动装置前,在预留适量正公差情况下,先加工至近成品尺寸,并进行倒角处理。

9. 根据权利要求1至6任意一项所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:所述烧结磁体为块型、圆柱型、瓦型、圆环型、片类或不规则形状,烧结磁体的体积小于 15cm^3 。

10. 根据权利要求1至6任意一项所述的一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,其特征在于:

所述浆料中包括稀土金属粉末、稀土氟化物、稀土氧化物、稀土氢化物或稀土元素与其他元素的合金中的至少一种;

所述烧结磁体为R-Fe-B-M烧结磁体,其中R选自La,Ce,Pr,Nd,Dy,Tb,Gd,Ho稀土元素中的一种或者几种,其总量为 $26.5\text{wt}\% - 34\text{wt}\%$,M选自Ga,Al,Cu,Co,Ti,Zr,Nb,W金属元素中的一种或者几种,其总量为 $0-6\text{wt}\%$,B总量为 $0.55\text{wt}\% - 1.5\text{wt}\%$,其余元素为Fe;

所述表面活化处理包括除油、清洗、酸洗、喷砂;

所述旋转式表面附着浆料后,在真空烧结炉中对烧结磁体进行热处理,使浆料中的稀

土元素扩散进入烧结磁体内部,热处理包括两级,一级热处理温度范围为750℃-960℃,热处理时间为2h-72h,二级热处理温度范围为430℃-580℃,热处理时间为2h-8h,烧结炉真空度控制为 10^{-1} - 10^{-4} Pa。

一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及磁性材料技术领域,具体为一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法。

背景技术

[0002] R-T-B系稀土永磁材料是支撑现代社会的一种重要基础功能材料,具有超高的能量密度和较好的高温服役性能,它可以高效率的实现能量与信息之间的相互转换,因其优异的磁性能,R-T-B系稀土永磁体被广泛运用于交通、医疗、计算机、家电、能源、航空航天等众多领域,深入到国民经济的方方面面,与人们的生活息息相关。

[0003] R-T-B稀土永磁材料主要由 $Nd_2Fe_{14}B$ 主相,富稀土相,富B相等相结构组成,矫顽力机制为反磁化畴形核理论和晶界去磁耦合交换机理,这决定了主相晶粒各向异性场和晶粒边界相微观结构对矫顽力的重要影响。通常提高矫顽力的方法主要通过细化晶粒,优化晶粒边界相结构,或者在熔炼过程添加各向异性场较高的Tb、Dy、Ho等元素,但Dy、Tb、Ho和Fe是反铁磁性耦合,使磁铁饱和磁化强度和剩磁出现较大幅度下降,同时重稀土元素进入主相,造成昂贵的重稀土资源的极大浪费,不仅无法生产超高性能磁体,而且显著增加了产品成本。晶界扩散工艺将以重稀土元素为主的单质、合金或化合物附着在磁体的表面,通过热处理使重稀土元素以沿晶为主、穿晶为辅的方式扩散到磁体内部,在主相晶粒表面形成高各向异性场的壳层,达到利用极少量重稀土大幅提高磁体矫顽力的效果。

[0004] 目前晶界扩散工艺方法种类很多,在企业中已经大批量生产运用的主要有喷涂、物理气相沉积、丝印和浸渍等。其中常规喷涂、物理气相沉积、丝印和浸渍法都难以对较小尺寸磁体进行单质和复合合金膜扩散,在实际生产过程更是存在生产效率低,产品一致性差,性能不高的问题。

[0005] 专利CN102473515A中提到将重稀土金属或合金扩散源和稀土永磁体放入工装内,使其在能够相对移动且充分接近或直接接触的状态下进行加热处理,大大降低了蒸镀温度,提高了扩散源利用率,提高了磁体性能一致性。但是靶材和稀土永磁体在接触状态下易发生粘连,且由于合金各元素蒸汽压不一致,合金扩散源在持续蒸发过程,合金成分会不断发生偏析,导致扩散源成分不断发生改变,大大减小扩散源使用寿命,使稀土永磁体生产一致性不可控。

[0006] 扩散过程通常需要伴随着合金元素,低熔点合金扩散源在热处理过程,进入晶界相降低富稀土液相的熔点,有助于稀土元素快速扩散,使稀土元素扩散进入距离表面更深位置,提高稀土元素扩散效率,大大降低扩散稀土元素的用量。

[0007] 专利CN101331566B中关于扩散源和稀土永磁体分离相对静止扩散方式扩散源气化后弥散开来,扩散源利用率很低,稀土永磁体沉积膜层一致性差,稀土永磁体和隔离网之间存在印记,严重影响产品质量。

[0008] 值得说明的是,自2004年6月日本独立行政法人科学技术振兴机构首次提出PVD蒸镀工艺概念以来,自2006年3月开始,日立金属和爱发科陆续申请大量有关针对较小规格产品的蒸镀工艺,国内外知名高校,科研院所和钕铁硼企业对蒸镀工艺也进行了大量的研发

工作,但时至今日,该工艺在实际产业化方面仍存在较大困难,诸如粘料,缺角,工艺温度区间窄,靶材成分偏析,性能提升效果不佳等难题,工艺控制极为困难,大批量生产受限。

[0009] 目前钕铁硼行业所熟知的磁控溅射,多弧离子镀,喷涂,丝印等大批量生产较大规格产品工艺路线已经非常成熟,但针对较小规格磁体磁控溅射,多弧离子镀,喷涂等常规晶界扩散工艺无法较好的实现大批量生产,摆片、翻面困难,生产效率非常低,人工成本很高,且操作极不方便,存在诸多产品品质问题,因此部分钕铁硼企业提出采用较大片磁体晶界扩散的方法,这需要扩散较多重稀土,且扩散后需要切割小片和加工圆片,增加了加工成本和造成重稀土浪费,小片产品的机加工损伤效应也显得格外突出,此工艺往往需要扩散较厚产品,扩散方向存在较大的性能梯度,产品使用受到一定的影响。也有企业尝试使用浸渍的方式对较小尺寸产品进行浸渍扩散处理,该工艺制备的产品性能一致性较差,性能提升幅度不高,自动化程度较低,生产存在诸多问题。

[0010] 此外,圆柱、复杂瓦型、圆环类等异型,特殊取向如径向、多极等产品,由于扩散面非平面,取向方向不易寻找,通常还存在表磁要求,常规晶界扩散工艺无法生产此类特殊要求产品,本发明可以实现此类产品的生产,不受任何形状和尺寸限制,除以上提及产品类,还包括较小平面类尺寸产品。这些较小尺寸产品通常在熔炼工序以重稀土元素添加的方式进入,大部分重稀土元素进入主相晶粒,重稀土元素利用率很低。烧结毛坯加工成较小规格产品过程,出材率极低,通常小于40%,大部分富含重稀土元素的坯料被加工成料头和磁泥,造成了重稀土元素的极大浪费。

[0011] 因此,亟需一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法来解决这个问题。

发明内容

[0012] 本发明的目的在于提供一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,以解决较小尺寸产品晶界扩散工艺难以大批量生产的问题。

[0013] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,包括任意形状、任意尺寸的经表面活化处理后的R-T-B系烧结磁体,将烧结磁体放入滚筒状转动装置,进行一边转动一边附着的旋转式表面附着浆料,附着方式为向转动中的烧结磁体喷涂,或者将烧结磁体堆积的转动装置下部浸泡在浆料中使浆料浸渍烧结磁体。

[0014] 在一种较优的方案中,转动装置为圆柱形转笼,且其表面为网状,转动装置的中心线水平,转动装置以中心线为转轴保持一个方向转动。

[0015] 本方案中可选的,转动装置内部的中心线处固定安装有一个喷枪或多个沿中心线等距分布的喷枪;转动装置设有抽送风系统用于预热和风干烧结磁体。

[0016] 在本可选方案中较优的,转动装置转动时,烧结磁体在转动装置内部所占的弧面范围对应的圆心角为 β_1 ,喷枪的实际喷射角为 β_2 , $\beta_1 = 2\beta_2$ 且喷枪喷射范围包括烧结磁体沿转动方向的尾端。

[0017] 上述方案中可选的,转动装置安装在溶液槽中,溶液槽设有进、出料口用于供、排浆料和调节溶液槽中的浆料高度;溶液槽还设有抽送风系统用于预热和风干烧结磁体;溶液槽底部还设有超声系统使附着均匀致密。

[0018] 在本可选方案中较优的,转动装置浸泡在浆料中的部分对应的圆心角为 θ_1 ,转动装置转动时,烧结磁体在转动装置内部所占的弧面范围对应的圆心角为 θ_2 ,两个圆心角对

应的弧沿转动方向的前端位置重合或相近。

[0019] 在上述任一方案中较优的,烧结磁体放入转动装置的同时放入适量辅助球体,辅助球体包括但不限于氧化锆球。

[0020] 在上述任一方案中较优的,烧结磁体放入转动装置前,在预留适量正公差情况下,先加工至近成品尺寸,并进行倒角处理。

[0021] 在上述任一方案中较优的,烧结磁体为块型、圆柱型、瓦型、圆环型、片类或不规则形状,烧结磁体的体积小于 15cm^3 。

[0022] 在上述任一方案中较优的,浆料中包括稀土金属粉末、稀土氟化物、稀土氧化物、稀土氢化物或稀土元素与其他元素的合金中的至少一种;

[0023] 在上述任一方案中较优的,烧结磁体为R-Fe-B-M烧结磁体,其中R选自La,Ce,Pr,Nd,Dy,Tb,Gd,Ho稀土元素中的一种或者几种,其总量为 $26.5\text{wt}\%$ - $34\text{wt}\%$,M选自Ga,Al,Cu,Co,Ti,Zr,Nb,W金属元素中的一种或者几种,其总量为 $0-6\text{wt}\%$,B总量为 $0.55\text{wt}\%$ - $1.5\text{wt}\%$,其余元素为Fe;

[0024] 在上述任一方案中较优的,表面活化处理包括除油、清洗、酸洗、喷砂;

[0025] 在上述任一方案中较优的,旋转式表面附着浆料后,在真空烧结炉中对烧结磁体进行热处理,使浆料中的稀土元素扩散进入烧结磁体内部,热处理包括两级,一级热处理温度范围为 750°C - 960°C ,热处理时间为 2h - 72h ,二级热处理温度范围为 430°C - 580°C ,热处理时间为 2h - 8h ,烧结炉真空度控制为 10^{-1} - 10^{-4}Pa 。

[0026] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0027] 1、该小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,解决了常规工艺无法采用较低成本直接对较小规格产品扩散进行大批量生产的难题,解决了异形产品常规工艺无法扩散难题。

[0028] 2、该小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,通过采用旋转式湿法浸渍/干法喷涂工艺的特殊设计,实现了较小规格常规和异形产品的批量生产,生产效率高,产品性能一致性好,同时确保了原材料超低损耗的高效利用,本发明大大降低了重稀土用量,热处理后永磁体矫顽力大幅度提高,热减磁性能好,产品外观良好。

附图说明

[0029] 图1为本发明的旋转式表面附着的一种实施方式的侧视结构示意图;

[0030] 图2为本发明的干法喷涂预热方式的一种实施方式示意图,图中Q1和Q2表示转动过程中,产品所在范围的圆心角 β_1 的两边;

[0031] 图3为图2所示实施方式的喷涂步骤的一种实施方式示意图, β_2 为喷枪实际发射角;

[0032] 图4为图3所示实施方式的立体结构示意图,图中省略产品;

[0033] 图5为本发明的湿法浸渍前进行风干的一种实施方式示意图;

[0034] 图6为本发明的湿法浸渍的一种实施方式示意图,图中N1和N2表示转动过程中,产品所在范围的圆心角 θ_2 的两边,M1和M2表示在液体中的部分对应的圆心角 θ_1 的两边。

具体实施方式

[0035] 一种小尺寸R-T-B稀土永磁体的制备方法,包括任意形状、任意尺寸的经表面活化处理后的R-T-B系烧结磁体,烧结磁体为R-Fe-B-M烧结磁体,采用常规公知方法制备,也可在市面直接购买,在一种可选的实施方式中,R选自La,Ce,Pr,Nd,Dy,Tb,Gd,Ho稀土元素中的一种或者几种,其总量为26.5wt%-34wt%,M选自Ga,Al,Cu,Co,Ti,Zr,Nb,W金属元素中的一种或者几种,其总量为0-6wt%,B总量为0.55wt%-1.5wt%,其余元素为Fe,表面活化处理包括除油、清洗、酸洗、喷砂等;本方法可以处理的烧结磁体包括块型、圆柱型、瓦型、圆环型、片类或不规则形状等,尤其是较小规格或异形磁体,如适用规格长,宽,厚三个方向尺寸分别小于30,30,15mm长方体或直径小于30mm,厚度小于15mm规格圆柱磁体或规格较小空心环,瓦型等异形的磁体;进一步典型适用规格为长,宽,厚三个方向尺寸分别小于15,15,5mm长方体或直径小于15mm,厚度小于5mm规格圆柱磁体或规格较小空心环,瓦型等异形的磁体;更进一步得针对规格为长,宽,厚三个方向尺寸分别小于12,12,1.0mm长方体或直径小于12mm,厚度小于3mm规格圆柱磁体或规格较小空心环,瓦型,径向取向,非常规取向等异形的磁体更有优势,优选的烧结磁体的体积小于 15cm^3 ;

[0036] 附着步骤时,将烧结磁体放入滚筒状转动装置,进行一边转动一边附着的旋转式表面附着浆料,附着方式为向转动中的烧结磁体喷涂,或者将烧结磁体堆积的转动装置下部浸泡在浆料中使浆料浸渍烧结磁体;浆料中包括稀土金属粉末、稀土氟化物、稀土氧化物、稀土氢化物或稀土元素与其他元素的合金中的至少一种,其中稀土包括Dy、Tb、Ho、Pr、Nd等元素,稀土元素与其他元素的合金除包括以上稀土元素外,还包括Al、Ga、Cu、Zr、Nb、Ti、Ni等元素,优选为稀土合金或化合物,浆料中还可以加入醇类、表面改性剂等物质;

[0037] 旋转式表面附着浆料后,在真空烧结炉中对烧结磁体进行热处理,使浆料中的稀土元素扩散进入烧结磁体内部,热处理包括两级,一级热处理温度范围为 750°C - 960°C ,热处理时间为2h-72h,二级热处理温度范围为 430°C - 580°C ,热处理时间为2h-8h,烧结炉真空度控制为 10^{-1} - 10^{-4}Pa 。

[0038] 上述的转动装置优选为圆柱形转笼,参阅图1至6,且其表面最好为网状,以保证产品和浆料的充分均匀接触;在较优的实施方式中,转动装置的中心线保持水平,转动装置以中心线为转轴保持一个方向转动;例如转动装置两侧固设圆形板,一侧板中部固定有转轴通过电机传动。

[0039] 本发明有两种实施方式,干法和湿法,当采用干法工艺时,可采用以下结构,参阅图2至4,转动装置内部的中心线处固定安装有一个喷枪或多个沿中心线等距分布的喷枪;进一步地,转动装置转动时,烧结磁体在转动装置内部所占的弧面范围对应的圆心角为 β_1 ,喷枪的实际喷射角为 β_2 , $\beta_1 = 2\beta_2$ 且喷枪喷射范围包括烧结磁体沿转动方向的尾端,尽可能提高一次有效接收率;此外,转动装置设有抽送风系统用于预热和风干烧结磁体,具体位置可以根据实际使用需要而定,可以参照图2和图3中加热和抽风的箭头方向所示,即以朝向烧结磁体为主,送风系统可用于补给适量热风,以保证喷室温湿度;产品在喷涂之前或喷涂之后可进行预热风干处理,也可根据性能要求或对产品不同膜厚的工艺需求,进行预热-喷涂-预热-喷涂的单次或多次循环操作,来充分保证产品喷涂的均匀性和较厚膜层的喷涂效果。

[0040] 当采用湿法工艺时,可采用以下结构,参阅图5至6,转动装置安装在溶液槽中,溶

液槽设有进、出料口用于供、排浆料和调节溶液槽中的浆料高度；溶液槽还设有抽送风系统用于预热和烘干烧结磁体，具体的，抽送风系统可以位于溶液槽上方，需要预热风干时可将转动装置从溶液槽移至抽送风系统位置，产品在浸渍之前或浸渍之后可进行预热风干处理，也可根据性能要求对产品不同膜厚的工艺需求，进行浸渍-热风干-浸渍-热风干的单次或多次循环操作，来充分保证产品浸渍的均匀性和较厚膜层的浸渍效果；如图6所示，溶液槽底部还可设有超声系统，以保证粉体在产品上的均匀致密附着；进一步地，转动装置浸泡在浆料中的部分对应的圆心角为 θ_1 ，转动装置转动时，烧结磁体在转动装置内部所占的弧面范围对应的圆心角为 θ_2 ，两个圆心角对应的弧沿转动方向的前端位置，即图6中M1和N1处，应尽可能地接近。

[0041] 为减小产品碰撞缺角的比例，烧结磁体放入转动装置的同时放入适量辅助球体，提高产品的外观质量，辅助球体包括但不限于氧化锆球。

[0042] 另外，烧结磁体放入转动装置前，在预留适量正公差情况下，可以先加工至近成品尺寸，更优的，还可以进行倒角处理。

[0043] 实施例1：

[0044] 采用本领域技术人员公知的方法制备R-Fe-B-M烧结磁体，以下实施例中采用N52基体进行测试，配方R-Fe-B-M中，R包括Pr，Nd其总量为30.5wt%，M包括Al，Cu，Ga，Co，Zr，Nb，Ti，其总量为2.1wt%，B总量为0.96wt%，其余元素为Fe，基体性能为 $Br=14.44-14.51\text{KGs}$ ， $Hc_j=13.0-13.6\text{KOe}$ 。

[0045] 采用上述配方制备N52基体，待扩散产品规格为 $8.3 \times 5.1 \times 1.12\text{mm}$ ，采用干法喷涂工艺，喷涂粉体为Tb合金。称量42kg产品倒入旋转滚筒中，加入直径3mm的氧化锆球3.5Kg，抑制产品磕碰，增加产品旋转过程分离程度，提升膜层沉积效果。将滚筒中磁体进行旋转预热处理，预热温度为 120°C ，滚筒旋转速度 3r/min ，预热时间7-15min。预热结束进行喷涂处理，喷涂旋转速度 3r/min ，喷涂时间18-25min。喷涂结束将滚筒移至加热风干工位，风干温度 120°C ，边旋转边风淋5-10min后至产品表面易挥发溶剂衬底挥发。称量附着膜层后产品重量，计算出产品中纯Tb增重百分比为0.36%。将处理好产品放入带有铝板内衬的复合石墨盒中，产品无需整齐摆放，在真空烧结炉中进行热处理， $900^\circ\text{C} \times 5\text{h}$ ， $500^\circ\text{C} \times 4\text{h}$ ，烧结炉真空度控制为 $10^{-2}-10^{-4}\text{Pa}$ ，注意，两级回火都必须开扩散泵抽高真空进行，尽量减少小尺寸产品表面氧化。

[0046] 对热处理后产品随机取样进行性能和磁通测试，Metis测试产品磁性能为 $Br=14.26-14.33\text{KGs}$ ， $Hc_j=21.3-21.9\text{KOe}$ 。采用0.5mm厚铁板， $100^\circ\text{C} \times 2\text{h}$ 测试产品磁矩和衰减数据如下表所示，随机测试30组数据。

	磁矩(nVsm)					衰减(%)					
1-5	65.6	65.7	65.4	65.1	65.9	0.57	0.29	0.40	0.60	0.51	
6-10	65.7	65.4	65.3	65.5	65.4	0.26	0.53	0.27	0.38	0.37	
[0047]	11-15	65.4	66.0	65.8	66.6	65.6	0.22	0.17	0.49	0.43	0.72
	16-20	66.0	65.5	65.7	65.7	65.7	0.78	0.65	0.41	0.38	0.58
	21-25	66.1	65.0	65.9	65.4	65.7	0.36	0.05	0.57	0.16	0.32
	26-30	65.9	65.6	65.8	65.8	66.0	0.48	0.61	0.77	0.78	0.41

[0048] 数据表明，采用旋转浸渍法制备的产品磁矩和衰减均表现出较好的一致性。采用

该工艺生产,避免了传统工艺需要整齐码放产品的工序,热处理后产品外观较好,没有粘连现象,大幅提高了生产效率,降低了人工成本,此外生产效率较高,生产一桶产品周期仅为35min,非常适合该类型产品大批量生产。

[0049] 实施例2:

[0050] 采用本领域技术人员公知的方法制备R-Fe-B-M烧结磁体,以下实施例中采用N42基体进行测试,配方R-Fe-B-M中,R包括Pr,Nd,Gd,Ho,Ce其总量为31.50wt%,其中Ce含量为6.8wt%,M包括Al,Cu,Ga,Co,Zr,Ti,Nb其总量为0.95wt%,B总量为0.97wt%,其余元素为Fe,基体性能为 $Br=13.09-13.16\text{KGs}$, $Hcj=12.11-12.59\text{KOe}$ 。

[0051] 采用上述配方制备N45基体,待扩散产品规格为 $\Phi 16 \times 3.8\text{mm}$,称量39kg产品,3kg直径5mm氧化锆球置于滚筒中,将滚筒底部置于配好的Dy合金液体中,开启底部超声系统,滚筒旋转速度3r/min,浸渍10min后,将滚筒从液体槽中移除至加热风干工位,风干温度100℃,边旋转边风淋3-8min后;将滚筒再次放入液体槽中进行旋转浸渍7min后,热风风淋8-15min至产品表面易挥发溶剂衬底挥发。称量附着膜层后产品重量,计算出产品中纯Dy增重百分比为0.46%。将处理好产品放入带有钨板内衬的复合石墨盒中,产品无需整齐摆放,在真空烧结炉中进行热处理,900℃x8h,500℃x4h,烧结炉真空度控制为 $10^{-2}-10^{-4}\text{Pa}$,注意,两级回火都必须开扩散泵抽高真空进行,尽量减少小尺寸产品表面氧化。

[0052] 对热处理后产品随机取样进行性能和磁通测试,采用Metis测试产品磁性能为 $Br=12.95-13.08\text{KGs}$, $Hcj=17.84-18.38\text{KOe}$ 。120℃x2h半开路测试产品磁矩和衰减数据如下表所示,随机测试20组数据。

	磁矩(nVsm)					衰减(%)				
[0053] 1-5	987.2	987.1	981.9	988.1	980.1	2.37	2.48	1.89	2.69	2.00
6-10	979.4	988.0	983.9	986.6	990.4	1.55	1.98	1.77	2.19	2.33
11-15	989.3	979.4	982.5	983.6	989.7	2.39	1.59	1.91	1.80	2.71
16-20	991.0	984.6	988.8	985.8	984.4	1.87	2.41	2.01	1.70	1.99

[0054] 数据表明,采用旋转浸渍法制备的产品磁矩和衰减均表现出较好的一致性。采用该工艺生产,避免了传统工艺需要整齐码放产品的工序,热处理后产品外观较好,没有粘连现象,大幅提高了生产效率,降低了人工成本,此外生产效率较高,生产一桶产品周期仅为33min,适合该类型产品大批量生产。此外,采用该工艺路线,基体磁体中含有较多低成本Ce和Gd元素,扩散采用价格相对便宜的Dy元素,在获得较高性能的前提下,大幅降低了材料成本。

[0055] 以上仅为本发明的较佳实施例,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应该以权利要求所界定的保护范围为准。

[0056] 本发明未详述之处,均为本技术领域技术人员的公知技术。



图1

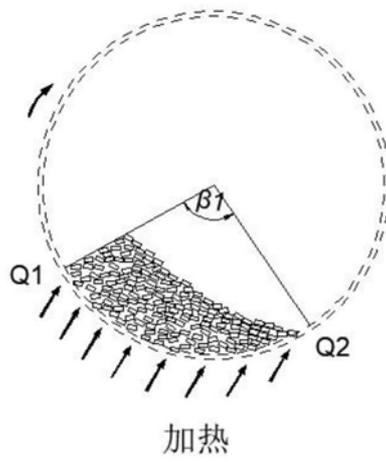


图2

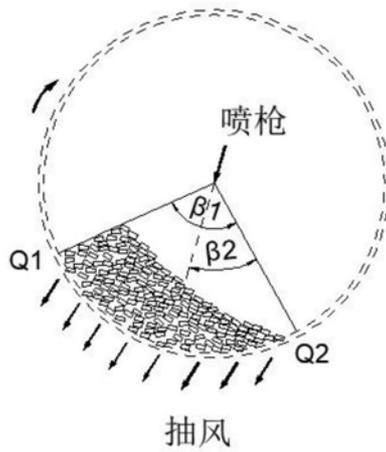


图3

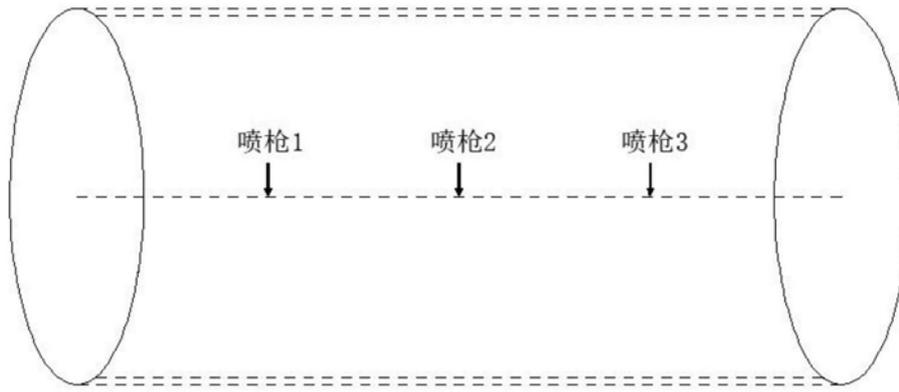


图4

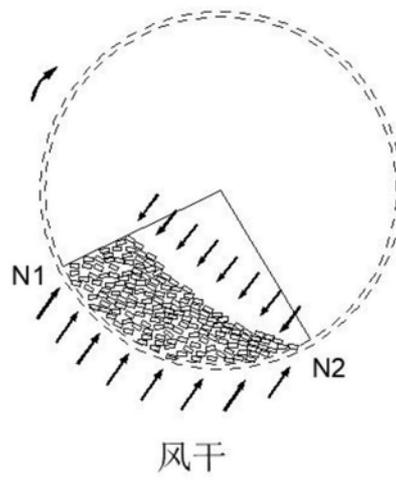


图5

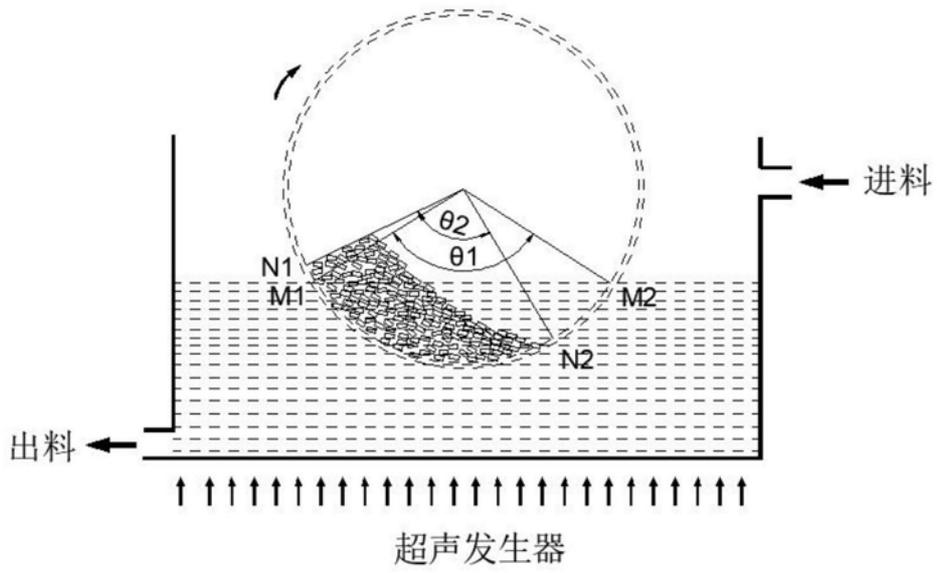


图6