



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113314327 B

(45) 授权公告日 2023.06.16

(21) 申请号 202110613330.8

(22) 申请日 2021.06.02

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113314327 A

(43) 申请公布日 2021.08.27

(73) 专利权人 中国科学院力学研究所

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

(72) 发明人 夏原 许亿 李光

(74) 专利代理机构 北京和信华成知识产权代理

事务所(普通合伙) 11390

专利代理师 胡剑辉

(51) Int. Cl.

H01F 41/02 (2006.01)

H01F 1/057 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 108305772 A, 2018.07.20

CN 105489335 A, 2016.04.13

审查员 吴肖志

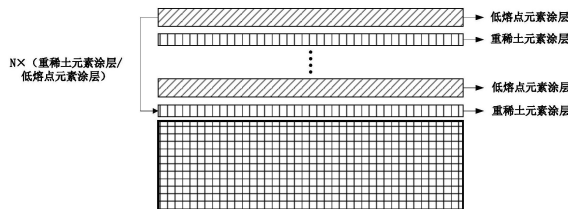
权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法

(57) 摘要

本发明属于烧结钕铁硼磁体表面工程技术领域,针对现有技术中多元素重稀土合金靶材在制造和应用方面存在的问题,本发明的目的在于提供一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,首先采用磁控溅射技术在烧结NdFeB磁体表面制备多层涂层,其中第一层为Dy或Tb等重稀土涂层,第二层为Al等低熔点涂层。后续涂层,根据晶界扩散工艺要求重复第一层和第二层涂层。涂层制备完成后,磁体放入真空扩散炉,对磁体进行梯度温度加热。通过第一阶段真空热处理在NdFeB磁体表面形成多元素重稀土合金涂层,通过第二阶段真空热处理实现低熔点元素和重稀土元素在烧结NdFeB磁体晶界内的协同扩散。最后进行回火处理,实现烧结NdFeB磁体矫顽力的提升。



1. 一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在于,具体包括如下步骤:

(1) 烧结NdFeB磁体表面清洗:

(2) 重稀土元素涂层沉积,调整Ar气体流量,控制真空腔体的气压为0.5Pa-1Pa,开启重稀土元素靶材磁控溅射源,对重稀土元素靶材进行溅射,并对NdFeB磁体加载负偏压,随后重稀土元素涂层在NdFeB表面沉积:

(3) 低熔点元素涂层沉积,关闭重稀土元素靶材磁控溅射源,调整Ar气体流量,控制真空腔体的气压为0.3Pa-0.7Pa,开启低熔点元素靶材磁控溅射源,对低熔点元素靶材进行溅射,并对NdFeB磁体加载负偏压,随后低熔点元素涂层在NdFeB表面沉积;

(4) 重复上述过程的步骤(2)和步骤(3),重复次数为1-7次;

(5) 第一阶段真空热处理,将NdFeB磁体从涂层制备装置中取出,放入真空热处理炉,真空热处理炉抽至真空状态,并对NdFeB磁体进行加热,完成第一阶段真空热处理,实现低熔点元素在重稀土涂层中的扩散,从而在NdFeB磁体表面形成多元素重稀土合金涂层;其热处理参数范围为:扩散温度650℃-730℃,时间为0.5min-5min,真空度小于10⁻²Pa;

(6) 第二阶段真空热处理,保持既有真空热处理状态,提高扩散温度,使多元素重稀土合金涂层达到熔融状态,促进重稀土元素和低熔点元素在NdFeB磁体晶界内的扩散,随后回火处理;其热处理参数范围为:扩散温度700℃-900℃,时间为2h-10h;回火温度为450℃-490℃,时间为4h-6h;真空度小于10⁻²Pa;

(7) 待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁体的处理。

2. 根据权利要求1所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在于,具体包括如下步骤:

所述烧结NdFeB磁体表面清洗,包括对NdFeB磁体表面依次进行研磨、超声清洗及干燥处理;设定预定的电压值和清洗时间对NdFeB磁体表面进行等离子体辉光清洗。

3. 根据权利要求1或2所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在于,所述步骤(1)中的等离子体辉光清洗的具体步骤为:将NdFeB磁体放置于工件架上,通过真空获得系统将真空腔体抽至10⁻²Pa以下,将Ar气体通入真空腔体并调整Ar气体流量,控制真空腔体真空度为1.5Pa~4Pa;通过偏压电源给工件架加载两段式负偏压,并设定预定的电压值和清洗时间对NdFeB磁体表面进行等离子体辉光清洗。

4. 根据权利要求3所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在于,所述两段式负偏压的参数范围为:第一阶段,电压值-500V ~ -700 V,清洗时间3min-10min;第二阶段,电压值-700V ~ -1200 V,清洗时间10min-20min。

5. 根据权利要求1或2所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在于,所述步骤(2)中的参数范围:溅射功率密度3 w/cm²-15w/cm²,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%;偏压电源具体参数范围为:-50V~-200V,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%,沉积时间2min-60min。

6. 根据权利要求1或2所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在于,所述步骤(3)中的具体参数范围:溅射功率密度3 w/cm²-7w/cm²,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%;负偏压具体参数范围为:0~-100V,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%,沉积时间0.1min-30min。

7. 根据权利要求1-6任意一项所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,其特征在於,制备得到带表面涂层的烧结NdFeB磁体,烧结NdFeB磁体的表面涂层是由低熔点元素涂层和重稀土元素涂层组成的涂层单元循环排布形成的N层涂层结构。

一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法

技术领域

[0001] 本发明属于烧结钕铁硼磁体表面工程技术领域,具体涉及一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法。

背景技术

[0002] 作为新一代稀土永磁材料,烧结钕铁硼(NdFeB)磁体凭借其超高的磁性能在电子器件、稀土永磁电机等领域得到广泛的应用。近些年,日趋严重的环境污染问题推动新能源汽车产业迈入高速发展的阶段,极大地刺激了稀土永磁电机核心部件—NdFeB磁体的需求量。然而,新能源汽车中电机工作环境温度往往高达150℃以上,而NdFeB磁体矫顽力较低,存在温度稳定性差的特点,可能在高温环境运行过程中出现热退磁现象而最终失效。

[0003] 近年来,为了提高NdFeB磁体矫顽力以实现其在高温环境中的应用,工业界逐渐发展了多元素重稀土(重稀土元素+低熔点元素)晶界扩散技术。与传统晶界扩散技术相比,低熔点元素可起到熔点抑制剂的作用,降低了重稀土涂层及富Nd相的熔点,实现较低温度条件下的晶界扩散,降低生产能耗。另一方面,与相同条件下传统晶界扩散技术相比,多元素重稀土晶界扩散技术由于低熔点元素的掺杂显著提高了重稀土元素在晶界的扩散速度。因此,实现了NdFeB磁体进一步的矫顽力提高以及重稀土元素消耗量降低的双重目的。

[0004] 实现NdFeB磁体晶界扩散多元素重稀土的核心过程是在其表面制备相对应的涂层。磁控溅射技术是目前制备多元素重稀土合金涂层的主流方法,而制造多元素重稀土合金靶材则是实现涂层制备的先决条件。然而,目前多元素重稀土合金靶材在制造和应用方面存在诸多问题。首先,各企业对于多元素重稀土合金靶中各元素比例要求不同,靶材无法批量生产,制造成本较高,甚至高于纯重稀土靶材的价格,这进一步增加NdFeB磁体制造成本。其次,受限于多元素重稀土合金靶材高脆性的问题,靶材中各元素比例只能在一定范围内调整。此外,一种靶材只对应一种元素比例,一旦靶材成型,无法进行随意调整。因此,目前亟需一种更易实现NdFeB磁体表面的多元素重稀土涂层制备的新方法,进而完成磁体表面的晶界扩散。

发明内容

[0005] 针对现有技术中多元素重稀土合金靶材在制造和应用方面存在的问题,本发明的目的在于提供一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,即一种提高烧结钕铁硼磁体矫顽力的晶界扩散方法。

[0006] 本发明采取的技术方案为:

[0007] 一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法,具体包括如下步骤:

[0008] (1) 烧结NdFeB磁体表面清洗:

[0009] (2) 重稀土元素涂层沉积:

[0010] (3) 低熔点元素涂层沉积:

[0011] (4) 重复上述过程的步骤(2)和步骤(3),重复次数为0-7次;

[0012] (5) 第一阶段真空热处理;

[0013] (6) 第二阶段真空热处理;

[0014] (7) 待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁体的处理。

[0015] 进一步的,所述烧结NdFeB磁体表面清洗,包括对NdFeB磁体表面依次进行研磨、超声清洗及干燥处理;设定预定的电压值和清洗时间对NdFeB磁体表面进行等离子体辉光清洗;

[0016] 所述重稀土元素涂层沉积,包括调整Ar气体流量,控制真空腔体的气压为0.5Pa-1Pa,开启重稀土元素靶材磁控溅射源,对重稀土元素靶材进行溅射,并对NdFeB磁体加载负偏压,随后重稀土元素涂层在NdFeB表面沉积;

[0017] 所述低熔点元素涂层沉积,包括关闭重稀土元素靶材磁控溅射源,调整Ar气体流量,控制真空腔体的气压为0.3Pa-0.7Pa,开启低熔点元素靶材磁控溅射源,对低熔点元素靶材进行溅射,并对NdFeB磁体加载负偏压,随后低熔点元素涂层在NdFeB表面沉积。

[0018] 进一步的,所述步骤(1)中的等离子体辉光清洗的具体步骤为:将NdFeB磁体放置于工件架上,通过真空获得系统将真空腔体抽至 10^{-2} Pa以下,将Ar气体通入真空腔体并调整Ar气体流量,控制真空腔体真空度为1.5Pa~4Pa;通过偏压电源给工件架加载两段式负偏压,并设定预定的电压值和清洗时间对NdFeB磁体表面进行等离子体辉光清洗。

[0019] 更进一步的,所述两段式负偏压的参数范围为:第一阶段,电压值-500V~-700V,清洗时间3min-10min;第二阶段,电压值-700V~-1200V,清洗时间10min-20min。

[0020] 进一步的,所述步骤(2)中的参数范围:溅射功率密度 $3\text{w}/\text{cm}^2$ - $15\text{w}/\text{cm}^2$,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%;偏压电源具体参数范围为:-50V~-200V,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%,沉积时间2min-60min。

[0021] 进一步的,所述步骤(3)中的具体参数范围:溅射功率密度 $3\text{w}/\text{cm}^2$ - $7\text{w}/\text{cm}^2$,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%;负偏压具体参数范围为:0~-100V,脉冲频率为20KHz-100KHz,占空比为40%-100%,沉积时间0.1min-30min。

[0022] 进一步的,所述步骤(5)将NdFeB磁体从涂层制备装置中取出,放入真空热处理炉,真空热处理炉抽至真空状态,并对NdFeB磁体进行加热,完成第一阶段真空热处理,实现低熔点元素在重稀土涂层中的扩散,从而在NdFeB磁体表面形成多元素重稀土(重稀土元素+低熔点元素)合金涂层;其热处理参数范围为:扩散温度 650°C - 730°C ,时间为0.5min-5min,真空度小于 10^{-2} Pa。

[0023] 进一步的,所述步骤(6)保持既有真空热处理状态,提高扩散温度,使多元素重稀土(重稀土元素+低熔点元素)合金涂层达到熔融状态,促进重稀土元素和低熔点元素在NdFeB磁体晶界内的扩散,随后回火处理;其热处理参数范围为:扩散温度 700°C - 900°C ,时间为2h-10h;回火温度为 450°C - 490°C ,时间为4h-6h;真空度小于 10^{-2} Pa。

[0024] 进一步的,制备得到带表面涂层的烧结NdFeB磁体,烧结NdFeB磁体的表面涂层是由低熔点元素涂层和重稀土元素涂层组成的涂层单元循环排布形成的N层涂层结构。

[0025] 一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的装置,包括真空腔体、溅射气体导入系统和真空获得系统,

[0026] 所述真空腔体内设置有工件架,NdFeB磁体放置在工件架上,通过偏压电源给工件架加载负偏压;

[0027] 通过溅射气体导入系统向真空腔体内导入溅射气体,真空腔体的上方与工件架相互对应的位置分别设置有低熔点元素靶材磁控溅射源和重稀土元素靶材磁控溅射源,低熔点元素靶材磁控溅射源通过磁控溅射电源a控制,通过低熔点元素靶材磁控溅射源对低熔点元素靶材进行溅射;重稀土元素靶材磁控溅射源通过磁控溅射电源b控制,通过重稀土元素靶材磁控溅射源对重稀土元素靶材进行溅射;

[0028] 通过真空获得系统调控真空腔体内的真空度。

[0029] 本发明的有益效果为:

[0030] 1、在多元重稀土涂层制备方面,本发明提出在烧结NdFeB磁体表面沉积重稀土元素涂层/低熔点元素涂层多层涂层,随后通过第一阶段的热处理,可促使低熔点元素在重稀土涂层内的扩散,获得NdFeB磁体晶界扩散所需的多元素重稀土合金涂层。由于第一阶段的热处理温度低于重稀土元素的熔点,重稀土元素并不会向得NdFeB磁体晶界扩散。

[0031] 2、在多元重稀土涂层成分调控方面,本发明采用磁控溅射在NdFeB磁体表面沉积的涂层为重稀土元素涂层/低熔点元素涂层多层涂层,因此通过调节重稀土元素涂层和低熔点元素的厚度比例,可精确控制后续通过扩散所形成的多元素重稀土合金涂层中各个元素的比例,进而实现NdFeB磁体晶界扩散对低熔点元素和重稀土元素需求量的要求。

[0032] 3、在靶材要求方面,重稀土元素涂层和低熔点元素涂层分别采用纯重稀土元素靶材和纯低熔点元素靶材进行溅射沉积,因此并不需要采用多元素重稀土合金靶材,大大降低对靶材的要求,同时也避免了因靶材制造问题而引起的成本提高。

附图说明

[0033] 图1为本发明中烧结NdFeB磁体表面重稀土元素涂层/低熔点元素涂层多层结构示意图;

[0034] 图2为本发明中烧结NdFeB磁体表面多层涂层制备装置;

[0035] 图3本发明实施例1中多元重稀土晶界扩散NdFeB磁体#1与不做任何处理NdFeB磁体#3的退磁曲线对比图;

[0036] 图4本发明实施例2中多元重稀土晶界扩散NdFeB磁体#4与不做任何处理NdFeB磁体#3的退磁曲线对比图;

[0037] 图5本发明实施例3中多元重稀土晶界扩散NdFeB磁体#6与不做任何处理NdFeB磁体#3的退磁曲线对比图;

[0038] 其中,1、真空腔体;2、NdFeB磁体;3、工件架;4、偏压电源;5、磁控溅射电源a;6、磁控溅射电源b;7、低熔点元素靶材磁控溅射源;8、重稀土元素靶材磁控溅射源;9、真空获得系统;10、溅射气体导入系统。

具体实施方式

[0039] 下面结合附图进一步说明本发明。

[0040] 装置实施例

[0041] 如图2所示,一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元重稀土的装置,其特征在于,包括真空腔体1、溅射气体导入系统10和真空获得系统9,

[0042] 所述真空腔体1内设置有工件架3,NdFeB磁体2放置在工件架3上,通过偏压电源4

给工件架3加载负偏压；

[0043] 通过溅射气体导入系统10向真空腔体1内导入溅射气体，真空腔体1的上方与工件架3相互对应的位置分别设置有低熔点元素靶材磁控溅射源7和重稀土元素靶材磁控溅射源8，低熔点元素靶材磁控溅射源7通过磁控溅射电源a5控制，通过低熔点元素靶材磁控溅射源7对低熔点元素靶材进行溅射；重稀土元素靶材磁控溅射源8通过磁控溅射电源b6控制，通过重稀土元素靶材磁控溅射源8对重稀土元素靶材进行溅射；

[0044] 通过真空获得系统9调控真空腔体1内的真空度。

[0045] 方法实施例

[0046] 一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法，具体包括如下步骤：

[0047] (1) 烧结NdFeB磁体表面清洗：

[0048] (2) 重稀土元素涂层沉积：

[0049] (3) 低熔点元素涂层沉积：

[0050] (4) 重复上述过程的步骤(2)和步骤(3)，重复次数为0-7次；

[0051] (5) 第一阶段真空热处理；

[0052] (6) 第二阶段真空热处理；

[0053] (7) 待样品冷却至室温，取出样品，完成对烧结NdFeB磁体的处理。

[0054] 采用所述一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的装置，本发明提供一种烧结钕铁硼磁体晶界扩散多元素重稀土的方法，上述方法首先采用磁控溅射技术在烧结NdFeB磁体表面制备多层涂层，其中第一层为重稀土涂层，如Dy或Tb等重稀土元素涂层，第二层为低熔点涂层，如Al等低熔点元素涂层。后续涂层，根据晶界扩散工艺要求重复第一层和第二层涂层。涂层制备完成后，磁体放入真空扩散炉，对磁体进行梯度温度加热。第一步，先将磁体加热到低熔点涂层熔点或略高于熔点，促进低熔点元素在重稀土涂层中的扩散，从而在NdFeB磁体2表面形成多元素重稀土合金涂层。第二步，将磁体加热到多元素重稀土合金涂层熔点或略高于熔点，实现低熔点元素和重稀土元素在烧结NdFeB磁体晶界内的协同扩散。最后进行回火处理，实现烧结NdFeB磁体矫顽力的提升。

[0055] 如图1所示，制备得到带表面涂层的烧结NdFeB磁体，烧结NdFeB磁体的表面涂层是由低熔点元素涂层和重稀土元素涂层组成的涂层单元循环排布形成的N层涂层结构。

[0056] 方法实施例1：

[0057] 本实施例中，采用牌号为52N的烧结NdFeB磁体#1，其尺寸为25mm*25mm*3mm。选择Dy作为重稀土元素靶材，Al作为低熔点元素靶材。采用磁控溅射在其25mm*25mm的表面依次沉积重稀土Dy涂层和低熔点Al涂层，随后进行真空热处理。

[0058] 具体处理过程如下：

[0059] 第一步，烧结NdFeB磁体表面清洗。对NdFeB磁体表面依次进行研磨、超声清洗以及干燥处理；随后将NdFeB磁体放置于涂层制备装置的工件架上，通过真空获得系统将真空腔体抽至 5×10^{-3} Pa。将Ar气体通入真空腔体并调整Ar气体流量，使得真空度达到2Pa。通过偏压电源给工件架负偏压-600V，进行第一阶段等离子体辉光清洗，时间为5min；随后升高偏压至-900V，进行第二阶段等离子体辉光清洗，时间为15min。

[0060] 第二步：重稀土Dy涂层沉积。调整Ar气体流量，使得真空腔体的气压为0.6Pa。开启Dy靶磁控磁控溅射源，并对NdFeB磁体加载负偏压，完成NdFeB磁体表面Dy涂层的沉积。其中

Dy涂层沉积参数范围为:Dy靶溅射功率密度为 $10\text{w}/\text{cm}^2$,脉冲频率为40KHz,占空比为90%;负偏压为-75V,脉冲频率为40KHz,占空比为90%;沉积时间20min,涂层厚度约为 $5\mu\text{m}$ 。

[0061] 第三步:低熔点Al涂层沉积。关闭重稀土元素靶材磁控溅射源。调整Ar气体流量,使得真空腔体的气压为 0.5Pa 。开启Al靶磁控溅射源,并对NdFeB磁体加载负偏压,完成NdFeB磁体表面Al涂层沉积。其中Al涂层沉积具体参数范围:溅射功率密度 $5\text{w}/\text{cm}^2$,脉冲频率为40KHz,占空比为80%;负偏压具体参数范围为:-25V,脉冲频率为40KHz,占空比为80%,沉积时间1min,涂层厚度约为 $0.3\mu\text{m}$ 。

[0062] 第四步:无需重复第二步和第三步。

[0063] 第五步:第一阶段真空热处理。完成NdFeB磁体表面Dy/Al多层涂层沉积后,将磁体放入真空热处理炉内,通过真空泵组将真空热处理炉抽至 $8 \times 10^{-3}\text{Pa}$,并对NdFeB磁体进行加热,完成第一段真空热处理,在NdFeB磁体表面形成AlDy合金涂层。其热处理具体参数为:扩散温度 690°C ,时间为1.5min。

[0064] 第六步:第二阶段真空热处理。保持既有真空热处理状态,提高真空热处理炉温度,促进Al和Dy元素在NdFeB磁体晶界内的扩散,随后进行回火处理。其热处理具体参数为:扩散温度为 850°C ,时间为5h;回火温度为 450°C ,时间为5小时。

[0065] 第七步,待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。

[0066] NdFeB磁体参考样品处理方式:NdFeB磁体#2和#3作为参考样,NdFeB磁体#1、#2、#3具有相同的牌号和尺寸。其中NdFeB磁体#2具体处理过程与NdFeB磁体#1完全相同,不同之处在于,其处理过程没有第六步。此样品用于NdFeB磁体#1表面多元素重稀土合金涂层的元素成分检测。此外,NdFeB磁体#3不做任何处理。

[0067] 采用脉冲磁场强度计对NdFeB磁体#1,#3进行磁性能检测。图3和表1分别展示了NdFeB磁体#1和#3的退磁曲线及磁性能检测结果。与不做任何处理的NdFeB磁体#3相比,经过多元素重稀土晶界扩散的NdFeB磁体剩磁下降3.9%,矫顽力提高29.2%。

[0068] 表1为本发明实施例1中多元素重稀土晶界扩散NdFeB磁体#1与不做任何处理NdFeB磁体#3退磁曲线对应的性能测试数据表。

[0069] 表1

[0070]

NdFeB磁体编号	剩磁 B_r (kG)	矫顽力 $H_{c j}$ (kOe)
#1	13.92	16.41
#3	14.48	12.7

[0071] 采用能谱分析仪EDS对NdFeB磁体#2表面多元素重稀土合金涂层进行元素成分检测,结果显示涂层Al和Dy元素分布较为均匀,其中Dy原子含量约为91%,Al原子含量约9%。

[0072] 方法实施例2:

[0073] 本实施例中,采用牌号为52N的烧结NdFeB磁体#4,其尺寸为 $25\text{mm} \times 25\text{mm} \times 3\text{mm}$ 。选择Dy作为重稀土元素靶材,Al作为低熔点元素靶材。采用磁控溅射在其 $25\text{mm} \times 25\text{mm}$ 表面依次沉积重稀土Dy涂层/低熔点Al涂层,随后进行真空热处理。

[0074] 具体处理过程如下:

[0075] 第一步:烧结NdFeB磁体表面清洗。与实施例1中的第一步完全相同。

[0076] 第二步:重稀土Dy涂层沉积。与实施例1中的第二步完全相同

[0077] 第三步:低熔点Al涂层沉积。与实施例1中的第三步完全相同,不同之处在于,沉积

时间4min,Dy涂层厚度约为1.2 μm 。

[0078] 第四步:与实施例1中的第四步完全相同。

[0079] 第五步:第一阶段真空热处理。与实施例1中的第五步完全相同,不同之处在于,其扩散温度690 $^{\circ}\text{C}$,时间为3min。

[0080] 第六步:第二阶段真空热处理。与实施例1中的第六步完全相同。

[0081] 第七步,待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。

[0082] NdFeB磁体参考样品处理方式:选择相同的牌号和尺寸的磁体#5作为参考样。NdFeB磁体#5具体处理过程与磁体#4完全相同,不同之处在于,其处理过程没有第六步。此样品用于其表面多元素重稀土合金涂层的元素成分检测。选择实施例1中的NdFeB磁体#3的磁性能检测结果作为对比。NdFeB磁体#4与#3具有相同的牌号和尺寸。

[0083] 采用脉冲磁场强度计对NdFeB磁体#4进行磁性能检测。图4和表2分别展示了NdFeB磁体#4和#3的退磁曲线及磁性能检测结果。与不做任何处理的NdFeB磁体#3相比,经过多元素重稀土晶界扩散的NdFeB磁体#4剩磁下降2.9%,矫顽力提高18.4%。

[0084] 表2为本发明实施例2中多元素重稀土晶界扩散NdFeB磁体#4与不做任何处理NdFeB磁体#3的退磁曲线对应的性能测试数据表。

[0085] 表2

NdFeB磁体编号	剩磁Br (kG)	矫顽力Hc j (kOe)
#4	14.05	15.04
#3	14.48	12.7

[0087] 采用能谱分析仪EDS对NdFeB磁体#5表面多元素重稀土合金涂层进行元素成分检测,结果显示涂层A1和Dy元素分布较为均匀,其中Dy原子含量约为70%,A1原子含量约30%。

[0088] 方法实施例3:

[0089] 本实施例中,采用牌号为52N的烧结NdFeB磁体#6,其尺寸为25mm*25mm*3mm。选择Dy作为重稀土元素靶材,A1作为低熔点元素靶材。采用磁控溅射在其25mm*25mm的表面依次沉积重稀土Dy涂层/低熔点A1涂层/重稀土Dy涂层/低熔点A1涂层,随后进行真空热处理。

[0090] 具体处理过程如下:

[0091] 第一步:烧结NdFeB磁体表面清洗。与实施例1中的第一步完全相同。

[0092] 第二步:重稀土Dy涂层沉积。调整Ar气体流量,使得真空腔体的气压为0.7Pa。开启Dy靶磁控磁控溅射源,并对NdFeB磁体加载负偏压,完成NdFeB磁体表面Dy涂层的沉积。其中Dy涂层沉积参数范围为:Dy靶溅射功率密度为8w/cm²,脉冲频率为40KHz,占空比为60%;负偏压为-50V,脉冲频率为40KHz,占空比为60%;沉积时间30min,涂层厚度约为3 μm 。

[0093] 第三步:低熔点A1涂层沉积。关闭重稀土元素靶材磁控溅射源。调整Ar气体流量,使得真空腔体的气压为0.3Pa。开启A1靶磁控溅射源,并对NdFeB磁体加载负偏压,完成NdFeB磁体表面A1涂层沉积。其中A1涂层沉积具体参数范围:溅射功率密度6w/cm²,脉冲频率为40KHz,占空比为40%;负偏压具体参数范围为:-50V,脉冲频率为40KHz,占空比为40%,沉积时间2min,涂层厚度约为0.35 μm 。

[0094] 第四步:重复第二步和第三步,1次。

[0095] 第五步:第一阶段真空热处理。完成NdFeB磁体表面Dy/A1/Dy/A1多层涂层沉积后,

将烧结NdFeB磁体放入真空热处理炉内,通过真空泵组将真空热处理炉抽至 5×10^{-3} Pa,并对NdFeB磁体进行加热,完成第一段真空热处理,在NdFeB磁体表面形成AlDy合金涂层。其热处理具体参数为:扩散温度680℃,时间为1min。

[0096] 第六步:第二阶段真空热处理。保持既有真空热处理状态,提高真空热处理炉温度,促进Al和Dy元素在NdFeB磁体晶界内的扩散,随后进行回火处理。其热处理具体参数为:扩散温度820℃,时间为4h;回火温度为470℃,时间为5小时;

[0097] 第七步,待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。

[0098] NdFeB磁体参考样品处理方式:选择相同的牌号和尺寸的磁体#7作为参考样。NdFeB磁体#7具体处理过程与磁体#6完全相同,不同之处在于,其处理过程没有第六步。此样品用于其表面多元素重稀土合金涂层的元素成分检测。选择实施例1中的NdFeB磁体#3的磁性能检测结果作为对比。NdFeB磁体#6与#3具有相同的牌号和尺寸。

[0099] 采用脉冲磁场强度计对NdFeB磁体#6进行磁性能检测。图5和表3分别展示了NdFeB磁体#6和#3的退磁曲线及磁性能检测结果。与不做任何处理的NdFeB磁体#3相比,经过多元素重稀土晶界扩散的NdFeB磁体#6剩磁下降2.7%,矫顽力提高20.4%。

[0100] 表3为本发明实施例3中多元重稀土晶界扩散NdFeB磁体#6与不做任何处理NdFeB磁体#3的退磁曲线对应的性能测试数据表。

[0101] 表3

[0102]

NdFeB磁体编号	剩磁Br (kG)	矫顽力Hc _j (kOe)
#6	14.08	15.29
#3	14.48	12.7

[0103] 采用能谱分析仪EDS对NdFeB磁体#7表面多元素重稀土合金涂层进行元素成分检测,结果显示涂层Al和Dy元素分布较为均匀,其中Dy原子含量约为80%,Al原子含量约20%。

[0104] 以上所述并非是对本发明的限制,应当指出:对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明实质范围的前提下,还可以做出若干变化、改型、添加或替换,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

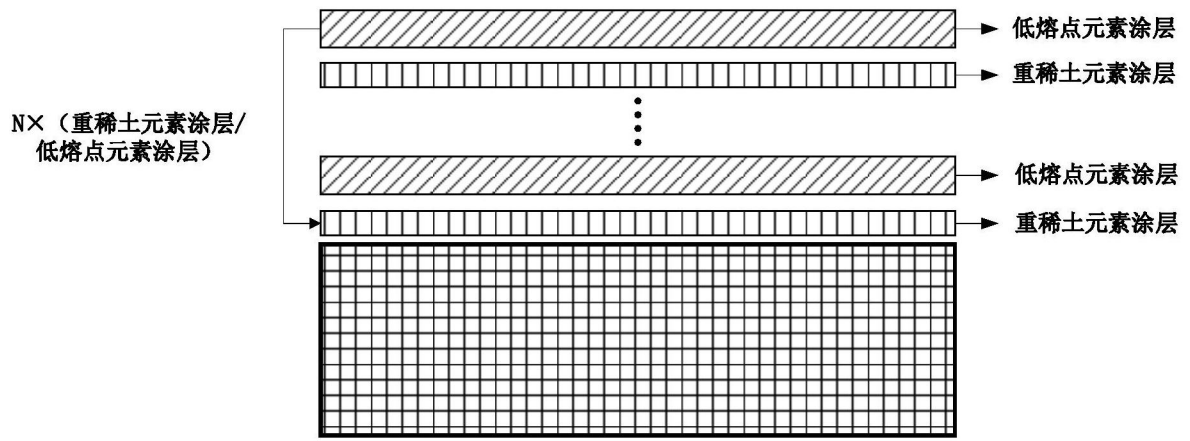


图1

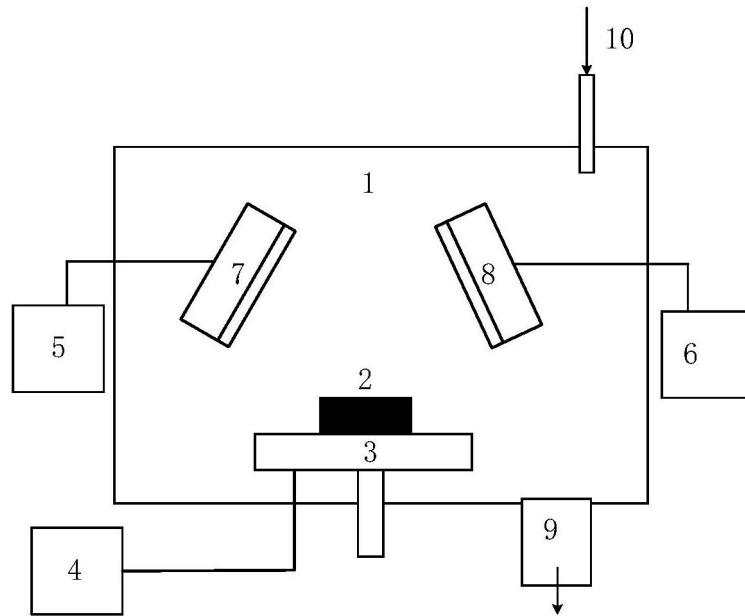


图2

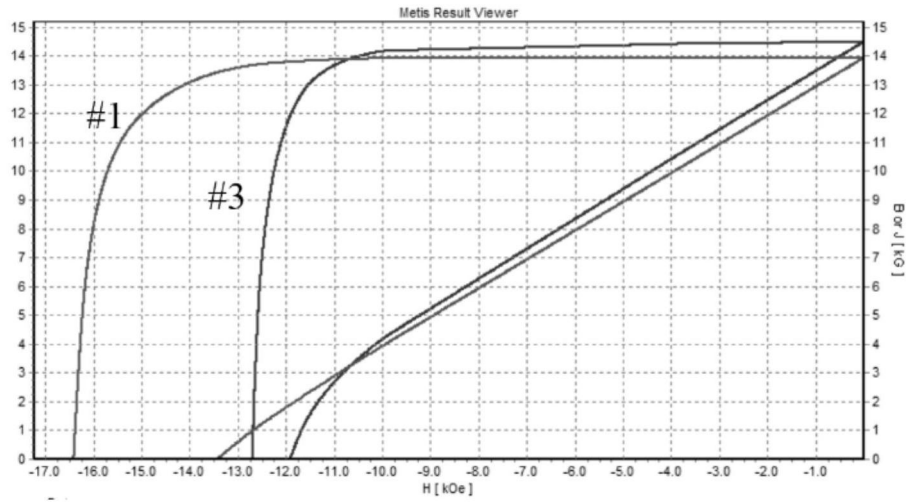


图3

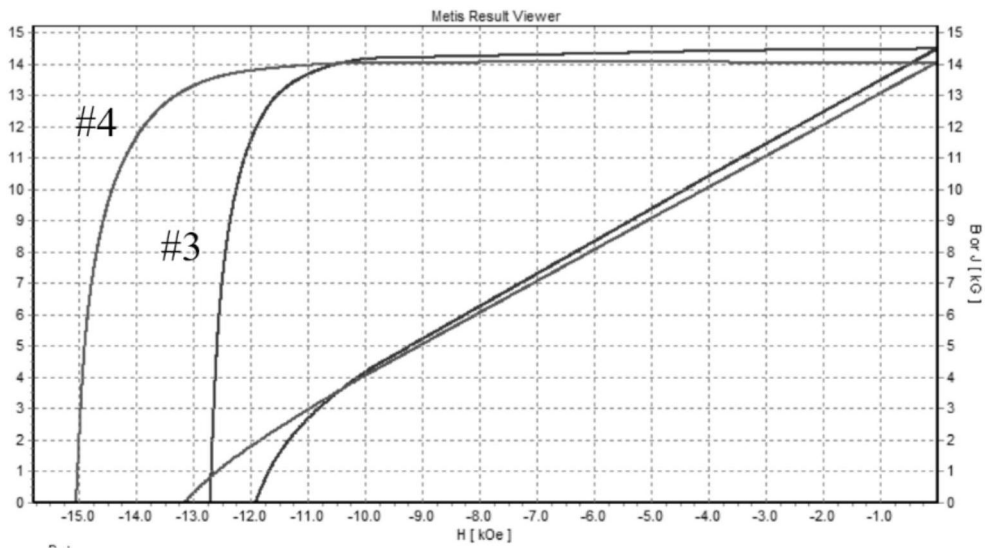


图4

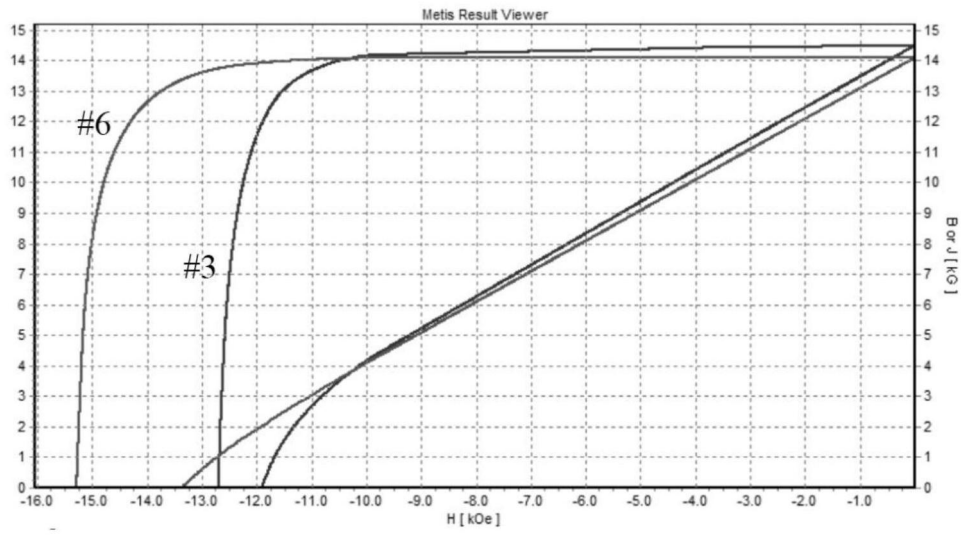


图5