



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107000051 A

(43)申请公布日 2017.08.01

(21)申请号 201580055173.6

(22)申请日 2015.08.14

(30)优先权数据

62/037,754 2014.08.15 US

14/742,080 2015.06.17 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2017.04.06

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2015/045202 2015.08.14

(87)PCT国际申请的公布数据

W02016/025792 EN 2016.02.18

(71)申请人 城市矿业公司

地址 美国德克萨斯州

(72)发明人 米哈·扎科尼克

卡塔利娜·瓦娜·图多尔

皮特·阿菲尼

沃尔特·德尔-波佐

斯蒂芬·肯尼思·丹尼尔·达夫

(74)专利代理机构 北京市君合律师事务所

11517

代理人 何箏 吴龙璜

(51)Int.Cl.

B22F 1/00(2006.01)

B22F 3/16(2006.01)

B22F 3/24(2006.01)

B22F 9/02(2006.01)

B22F 9/04(2006.01)

B22F 9/08(2006.01)

G22C 1/04(2006.01)

G22C 28/00(2006.01)

G22C 33/02(2006.01)

G22C 38/06(2006.01)

G22C 38/10(2006.01)

G22C 38/14(2006.01)

G22C 38/16(2006.01)

H01F 1/03(2006.01)

H01F 1/057(2006.01)

H01F 7/02(2006.01)

H01F 41/02(2006.01)

权利要求书3页 说明书35页 附图22页

(54)发明名称

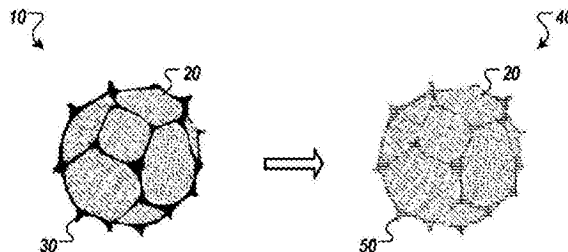
晶粒边界工程

(57)摘要

本申请涉及用于产生磁性材料的方法、系统和设备,包括在计算机存储介质上编码的计算机程序。所述方法中的一种方法包括熔融磁性元素以产生熔融合金,形成包含2:14:1相晶粒的铸造合金薄片,粉碎所述铸造合金薄片以产生第一粉末,并同时保持所述2:14:1相晶粒中的至少一些,压制和对准所述第一粉末中的颗粒以产生第一压坯,烧结所述第一压坯以产生烧结压坯,使所述烧结压坯碎裂以形成第二粉末,并同时保持来自所述烧结压坯的2:14:1相晶粒中的至少一些,将所述第二粉末与稀土材料和元素添加物混合以产生均质粉末,并同时保持来自所述第二粉末的2:14:1相晶粒中的至少一些,以及烧结和磁

化所述均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品。

晶粒边界工程法



CN 107000051 A

1. 一种用于制造Nd-Fe-B永磁体的方法,所述方法包括:
 - 熔融磁性元素以产生熔融合金;
 - 由所述熔融合金形成铸造合金薄片,所述铸造合金薄片包含多个2:14:1相晶粒;
 - 粉碎所述铸造合金薄片以产生第一粉末,并同时保持来自所述铸造合金薄片的2:14:1相晶粒中的至少一些;
 - 压制和对准所述第一粉末中的颗粒以产生第一压坯;
 - 烧结所述第一压坯以产生烧结压坯;
 - 使所述烧结压坯碎裂以形成第二粉末,并同时保持来自所述烧结压坯的2:14:1相晶粒中的至少一些;
 - 将所述第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末,并同时保持来自所述第二粉末的2:14:1相晶粒中的至少一些,其中所述稀土材料R包含下述中的至少一种:i) Nd、ii) Pr或iii) Dy,且所述元素添加物A包含下述中的至少一种:i) Co、ii) Cu或iii) Fe;以及
 - 烧结和磁化所述均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中由所述熔融合金形成包含所述多个2:14:1相晶粒的所述铸造合金薄片包括由所述熔融合金形成铸造合金薄片,每个铸造合金薄片包含多个2:14:1相晶粒。
3. 根据权利要求1所述的方法,其中所述稀土材料R和所述元素添加物A一起包含Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%。
4. 根据权利要求1所述的方法,其中使所述烧结压坯碎裂包括使所述烧结压坯碎裂成1微米至4微米之间的平均粒度。
5. 根据权利要求1所述的方法,其中使所述烧结压坯碎裂以形成所述第二粉末包括从所述第二粉末中除去粒度尺寸大于所述第二粉末中颗粒的平均尺寸的颗粒,以在所述Nd-Fe-B磁性产品中获得小于1.98原子%的氧浓度。
6. 根据权利要求1所述的方法,其中使所述烧结压坯碎裂以形成所述第二粉末包括使所述烧结压坯碎裂以形成具有约1微米至约2毫米之间的平均粒度的所述第二粉末,所述方法包括:
 - 使所述第二粉末进一步碎裂成约1微米至约4微米之间的平均粒度;以及
 - 均质化所述第二粉末。
7. 根据权利要求6所述的方法,其中:
 - 均质化所述第二粉末包括均质化包括约1微米至约2毫米之间的平均粒度的所述第二粉末;以及
 - 将所述第二粉末与a) 所述稀土材料R和b) 所述元素添加物A混合以产生所述均质粉末包括将具有约1微米至约4微米之间的平均粒度的所述第二粉末与a) 所述稀土材料R和b) 所述元素添加物A混合以产生所述均质粉末。
8. 根据权利要求6所述的方法,其中:
 - 将所述第二粉末与a) 所述稀土材料R和b) 所述元素添加物A混合以产生所述均质粉末包括将具有约1微米至约2毫米之间的平均粒度的所述第二粉末与a) 所述稀土材料R和b) 所述元素添加物A混合以产生所述均质粉末;以及

均质化所述第二粉末包括均质化包括约1微米至约4微米之间的平均粒度的所述第二粉末。

9. 根据权利要求1所述的方法, 包括:

与使所述烧结压坯碎裂以形成第二粉末分开, 使所述稀土材料R和所述元素添加物A碎裂, 其中将所述第二粉末与a) 所述稀土材料R和b) 所述元素添加物A混合以产生所述均质粉末包括将所述第二粉末与a) 经碎裂的稀土材料R和b) 经碎裂的元素添加物A混合以产生所述均质粉末。

10. 根据权利要求1所述的方法, 其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的Co的原子百分比小于或等于3.098原子%。

11. 根据权利要求1所述的方法, 其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的Cu的原子百分比小于或等于0.1849原子%。

12. 根据权利要求1所述的方法, 其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的Fe和Co的组合原子百分比介于约76.3928原子%与约83.1267原子%之间。

13. 根据权利要求1所述的方法, 其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的Fe和Co的组合原子百分比小于或等于77原子%。

14. 根据权利要求1所述的方法, 其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的Nd、Pr和Dy的组合原子百分比大于或等于在所述烧结压坯中的Nd、Pr和Dy的组合原子百分比。

15. 根据权利要求1所述的方法, 其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的Nd、Dy和Pr的组合原子百分比小于或等于18原子%。

16. 根据权利要求1所述的方法, 其中:

将所述第二粉末与a) 所述稀土材料R和b) 所述元素添加物A混合以产生所述均质粉末包括使所述稀土材料R和所述元素添加物A在所述第二粉末内均匀分布; 以及

烧结和磁化所述均质粉末以形成所述Nd-Fe-B磁性产品包括用一定浓度的所述稀土材料R和一定浓度的所述元素添加物A形成所述Nd-Fe-B磁性产品, 所述浓度围绕所述Nd-Fe-B磁性产品内的所述2:14:1相晶粒平均地增加。

17. 根据权利要求16所述的方法, 包括用包括所述稀土材料R和所述元素添加物A的新的晶粒边界相替换来自所述烧结压坯且包括在所述第二粉末中的旧的富Nd晶粒边界相。

18. 根据权利要求1所述的方法, 其中所述Nd-Fe-B磁性产品包含:

处于[7.3635, 11.1038] (原子%) 范围内的Nd量, 该范围包括端值在内;

处于[76.3928, 80.0287] (原子%) 范围内的Fe量, 该范围包括端值在内; 以及

处于[5.7493, 6.4244] (原子%) 范围内的B量, 该范围包括端值在内。

19. 根据权利要求18所述的方法, 其中所述Nd-Fe-B磁性产品包含:

处于[0.09, 4.0] (原子%) 范围内的O量, 该范围包括端值在内; 以及

处于[0.01, 1.0] (原子%) 范围内的C量, 该范围包括端值在内。

20. 根据权利要求18所述的方法, 其中所述Nd-Fe-B磁性产品包含:

处于[0.199, 4.0535] (原子%) 范围内的Dy量, 该范围包括端值在内。

21. 根据权利要求18所述的方法, 其中所述Nd-Fe-B磁性产品包含:

处于[1.445, 3.6323] (原子%) 范围内的Pr量, 该范围包括端值在内。

22. 根据权利要求18所述的方法, 其中所述Nd-Fe-B磁性产品包含:

处于[0,3.098] (原子%)范围内的Co量,该范围包括端值在内。

23. 根据权利要求18所述的方法,其中所述Nd-Fe-B磁性产品包含:

处于[0.0508,0.1849] (原子%)范围内的Cu量,该范围包括端值在内。

24. 根据权利要求18所述的方法,其中在所述Nd-Fe-B磁性产品中的所述稀土材料R的总量处于[12.66,15.03] (原子%)范围内,该范围包括端值在内。

25. 根据权利要求1所述的方法,其中:

所述稀土材料R包含下述中的至少一者:

i) 相对于所述稀土材料R与所述元素添加物材料A的组合,处于[6.1717,11.8917] (原子%)范围内的Nd量,该范围包括端值在内,

ii) 相对于所述稀土材料R与所述元素添加物材料A的组合,处于[1.5495,4.821] (原子%)范围内的Pr量,该范围包括端值在内,或

iii) 相对于所述稀土材料R与所述元素添加物材料A的组合,处于[0.2132,5.3753] (原子%)范围内的Dy量,该范围包括端值在内,以及

所述元素添加物A包含下述中的至少一者:

i) 相对于所述稀土材料R与所述元素添加物材料A的组合,处于[0,4.0948] (原子%)范围内的量的Co,该范围包括端值在内,

ii) 相对于所述稀土材料R与所述元素添加物材料A的组合,处于[0.0545,0.2445] (原子%)范围内的量的Cu,该范围包括端值在内,或

iii) 相对于所述稀土材料R与所述元素添加物材料A的组合,处于[81.1749,85.867] (原子%)范围内的量的Fe,该范围包括端值在内。

26. 根据权利要求1所述的方法,其中烧结和磁化所述均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品包括烧结和磁化所述均质粉末以形成具有与所述烧结压坯至少相同的剩磁和矫顽磁性的所述Nd-Fe-B磁性产品。

27. 根据权利要求26所述的方法,其中所述Nd-Fe-B磁性产品的矫顽磁性比所述烧结压坯的矫顽磁性大约0至约20%之间。

28. 根据权利要求1所述的方法,其中烧结和磁化所述均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品包括烧结和磁化所述均质粉末以形成具有最终剩磁和最终矫顽磁性的所述Nd-Fe-B磁性产品,其中所述最终剩磁是所述烧结压坯的另一剩磁的约97%,且所述最终矫顽磁性比所述烧结压坯的另一矫顽磁性大至少30%。

29. 根据权利要求1所述的方法,其中烧结和磁化所述均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品包括烧结和磁化所述均质粉末以形成具有最终剩磁和最终矫顽磁性的所述Nd-Fe-B磁性产品,其中所述最终剩磁是所述烧结压坯的另一剩磁的约95%,且所述最终矫顽磁性比所述烧结压坯的另一矫顽磁性大至少80%。

30. 根据权利要求1所述的方法,其中烧结和磁化所述均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品包括烧结和磁化所述均质粉末以形成具有最终剩磁和最终矫顽磁性的所述Nd-Fe-B磁性产品,其中所述最终剩磁比所述烧结压坯的另一剩磁大约5%,且所述最终矫顽磁性与所述烧结压坯的另一矫顽磁性至少相同。

晶粒边界工程

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求2014年8月15日提交的美国临时申请62/037,754和2015年6月17日提交的美国非临时申请14/742,080的优先权,其内容在此参考并入。

背景技术

[0003] 本公开涉及使用晶粒边界工程 (GBE) 实施制造铈-铁-硼 (Nd-Fe-B) 烧结磁体。

[0004] 稀土永磁体 (REPM) 的全球市场与REPM应用的范围共同增长。REPM显示出高磁性性能特性,并用于开发包括电子、能源、交通、航空航天、国防、医疗装置以及信息和通讯技术在内的很多工业的高科技、高效率应用。

[0005] 例如,使用Nd-Fe-B永磁体的应用包括:启动电机、防抱死制动系统 (ABS)、燃料泵、风扇、扬声器、麦克风、电话电铃、开关、继电器、硬盘驱动器 (HDD)、步进电机、伺服电机、磁共振成像 (MRI)、风车发电机、机器人、传感器、磁分离器、制导系统、卫星、巡航导弹等。

[0006] Nd-Fe-B型烧结磁体具有非常精细调节的元素组成,除了Nd之外,其包括诸如Dy、Tb、Ga、Co、Cu、Al的元素以及其他微量过渡金属元素添加物。

[0007] 使用重稀土镝 (Dy) 可能有助于提高Nd-Fe-B磁体的耐温性。尽管Dy具有提升性能的特性,但是其资源有限。Dy供应的风险和稀缺导致可用于节能电机应用中的高温性能Nd-Fe-B磁体的短缺。

[0008] 本公开的晶粒边界工程降低了Nd-Fe-B产品中的Dy含量,并同时保持高性能、增加耐温性并降低生产成本。

发明内容

[0009] 本申请涉及一种方法,所述方法可以包括产生具有特定性能特性(如粒度、排列、密度、能量乘积 (BH_{max})、剩磁 (Br) 和矫顽磁性 (iH_c) 的所需组合)的Nd₂Fe₁₄B永磁体。例如,晶粒边界工程 (GBE) 法可以包括生产具有经晶粒边界改性的富相的Nd-Fe-B永磁体。GBE法可以由新的磁性材料(例如此前未用于消费品中的磁性材料)、再循环的磁性材料(例如此前用于消费品中的磁性材料)或上述两者产生新磁体。

[0010] GBE法保持起始磁性材料的原始晶粒相,并同时改性起始磁性材料的晶粒边界相。例如,当产生新的Nd₂Fe₁₄B磁体时,GBE系统在最终磁性产品中保持了起始材料的至少90体积%的Nd-Fe-B 2:14:1相晶粒。GBE系统可以用由添加材料制成的新的晶粒边界相替代全部的或基本上全部的富Nd晶粒边界相。在一些实例中,GBE系统在最终磁性产品中保持了约90体积%至约97体积%之间的起始晶粒。在一些实例中,GBE系统用新的晶粒边界相替代约3体积%至约12体积%之间的富Nd晶粒边界相。

[0011] 通常,可以在如下方法中体现本说明书中所述主题的一个创新方面,所述方法包括下述操作:熔融磁性元素以产生熔融合金;由熔融合金形成铸造合金薄片,所述铸造合金薄片包含多个2:14:1相晶粒;粉碎铸造合金薄片以产生第一粉末,并同时保持来自铸造合金薄片的2:14:1相晶粒中的至少一些;压制和对准第一粉末中的颗粒以产生第一压坯;烧

结第一压坯以产生烧结压坯；使烧结压坯碎裂以形成第二粉末，并同时保持来自烧结压坯的2:14:1相晶粒中的至少一些；将第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末，并同时保持来自第二粉末的2:14:1相晶粒中的至少一些，其中稀土材料R包含下述中的至少一种、至少两种或全部三种：i) Nd、ii) Pr或iii) Dy，且元素添加物A包含下述中的至少一种、至少两种或全部三种：i) Co、ii) Cu或iii) Fe；以及烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品。该方面的其他实施方式包括相应计算机系统、设备和在一个或多个计算机存储装置上记录的计算机程序，上述分别配置为执行该方法的操作。一个或多个计算机的系统可以配置为通过在系统中安装软件、固件、硬件或其组合以执行特定运行或操作，其中所述软件、固件、硬件或其组合在运行中引发系统执行操作。一个或多个计算机程序可以配置为通过包括指令来执行特定运行或操作，当由数据处理设备执行所述指令时，所述指令引发装置执行操作。

[0012] 前述和其他实施方式可以分别任选地单独或组合地包括一个或多个下述特征。由熔融合金形成包含多个2:14:1相晶粒的铸造合金薄片可以包括由熔融合金形成铸造合金薄片，每个铸造合金薄片包含多个2:14:1相晶粒。稀土材料R和元素添加物A一起可以是Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%。

[0013] 在一些实施方式中，使烧结压坯碎裂包括使烧结压坯碎裂成1微米至4微米之间的平均粒度。使烧结压坯碎裂以形成第二粉末包括从第二粉末中除去粒度尺寸大于第二粉末中颗粒的平均尺寸的颗粒，以在Nd-Fe-B磁性产品中获得小于1.98原子%的氧浓度。使烧结压坯碎裂以形成第二粉末可以包括使烧结压坯碎裂以形成具有约1微米至约2毫米之间的平均粒度的第二粉末，该方法包括使第二粉末进一步碎裂成约1微米至约4微米之间的平均粒度；以及均质化第二粉末。均质化第二粉末可以包括均质化包括约1微米至约2毫米之间的平均粒度的第二粉末，以及将第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末，可以包括将具有约1微米至约4微米之间的平均粒度的第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末。将第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末可以包括将具有约1微米至约2毫米之间的平均粒度的第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末，均质化第二粉末可以包括均质化包括约1微米至约4微米之间的平均粒度的第二粉末。

[0014] 在一些实施方式中，与使烧结压坯碎裂以形成第二粉末分开，使稀土材料R和元素添加物A碎裂，其中将第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末包括将第二粉末与a) 经碎裂的稀土材料R和b) 经碎裂的元素添加物A混合以产生均质粉末。在Nd-Fe-B磁性产品中的Co的原子百分比可以小于或等于3.098原子%。在Nd-Fe-B磁性产品中的Cu的原子百分比可以小于或等于0.1849原子%。在Nd-Fe-B磁性产品中的Fe和Co的组合原子百分比可以介于约76.3928原子%与约83.1267原子%之间。在Nd-Fe-B磁性产品中的Fe和Co的组合原子百分比可以小于或等于77原子%。在Nd-Fe-B磁性产品中的Nd、Pr和Dy的组合原子百分比可以大于或等于在烧结压坯中的Nd、Pr和Dy的组合原子百分比。在Nd-Fe-B磁性产品中的Nd、Dy和Pr的组合原子百分比可以小于或等于18原子%。

[0015] 在一些实施方式中，将第二粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末包括使稀土材料R和元素添加物A在第二粉末内均匀分布，烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品包括形成具有一定浓度的稀土材料R和一定浓度的元素添加物A的Nd-Fe-

B磁性产品,所述浓度围绕Nd-Fe-B磁性产品内的2:14:1相晶粒平均地增加。该方法可以包括用包括稀土材料R和元素添加物A的新的晶粒边界相替换来自烧结压坯且包括在第二粉末中的旧的富Nd晶粒边界相。

[0016] 在一些实施方式中,Nd-Fe-B磁性产品包含处于[7.3635,11.1038] (原子%)范围内的Nd量,该范围包括端值在内,处于[76.3928,80.0287] (原子%)范围内的Fe量,该范围包括端值在内,以及处于[5.7493,6.4244] (原子%)范围内的B量,该范围包括端值在内。Nd-Fe-B磁性产品可以包含处于[0.09,4.0] (原子%)范围内的O量,该范围包括端值在内,以及处于[0.01,1.0] (原子%)范围内的C量,该范围包括端值在内。Nd-Fe-B磁性产品可以包含处于[0.199,4.0535] (原子%)范围内的Dy量,该范围包括端值在内。Nd-Fe-B磁性产品可以包含处于[1.445,3.6323] (原子%)范围内的Pr量,该范围包括端值在内。Nd-Fe-B磁性产品可以包含处于[0,3.098] (原子%)范围内的Co量,该范围包括端值在内。Nd-Fe-B磁性产品可以包含处于[0.0508,0.1849] (原子%)范围内的Cu量,该范围包括端值在内。在Nd-Fe-B磁性产品中的稀土材料R的总量可以处于[12.66,15.03] (原子%)范围内,该范围包括端值在内。

[0017] 在一些实施方式中,稀土材料R包含下述中的至少一者:i)处于[6.1717,11.8917] (原子%)范围内的Nd量,该范围包括端值在内,ii)处于[1.5495,4.821] (原子%)范围内的Pr量,该范围包括端值在内,或iii)处于[0.2132,5.3753] (原子%)范围内的Dy量,该范围包括端值在内,元素添加物A包含下述中的至少一者:i)处于[0,4.0948] (原子%)范围内的Co量,该范围包括端值在内,ii)处于[0.0545,0.2445] (原子%)范围内的Cu量,该范围包括端值在内,或iii)处于[81.1749,85.867] (原子%)范围内的Fe量,该范围包括端值在内。这些范围仅是相对于稀土材料R和元素添加物A,而非起始磁性材料,无论是未经使用的还是废弃的磁性材料。

[0018] 在一些实施方式中,烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品包括烧结和磁化均质粉末以形成具有与烧结压坯至少相同的剩磁和矫顽磁性的Nd-Fe-B磁性产品。Nd-Fe-B磁性产品的矫顽磁性可以比烧结压坯的矫顽磁性大约0至约20%之间。烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品可以包括烧结和磁化均质粉末以形成具有最终剩磁和最终矫顽磁性的Nd-Fe-B磁性产品,其中最终剩磁是烧结压坯的另一剩磁的约97%,且最终矫顽磁性比烧结压坯的另一矫顽磁性大至少30%。烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品可以包括烧结和磁化均质粉末以形成具有最终剩磁和最终矫顽磁性的Nd-Fe-B磁性产品,其中最终剩磁是烧结压坯的另一剩磁的约95%,且最终矫顽磁性比烧结压坯的另一矫顽磁性大至少80%。烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品可以包括烧结和磁化均质粉末以形成具有最终剩磁和最终矫顽磁性的Nd-Fe-B磁性产品,其中最终剩磁比烧结压坯的另一剩磁大约5%,且最终矫顽磁性比烧结压坯的另一矫顽磁性至少相同。

[0019] 通常,可以在化合物中体现本说明书中所述主题的一个创新方面,该化合物包括Nd₁₋₂₀Dy₁₋₆₀Co₁₋₆₀Cu_{0.1-20}Fe_{0.5-90}原子%。该化合物可以是Nd₇₋₁₄Dy₃₀₋₅₀Co₂₈₋₄₅Cu₁₋₁₀Fe₁₋₁₀原子%。该化合物可以是Nd_{8.5-12.5}Dy₃₅₋₄₅Co₃₂₋₄₁Cu_{3-6.5}Fe_{1.5-5}原子%。该化合物可以是Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%。该化合物可以包含小于0.12原子%的氧,小于0.0058原子%的碳,或上述两者。在一些实例中,该化合物可以包含0.00009至0.18原子%之间的氧,或0.028至0.1原子%之间的氧。在一些实例中,该化合物可以包含0.0001至0.09原子%

之间的碳,或0.058至0.009原子%之间的碳。

[0020] 在一些实施方式中,该化合物可以基本上由所述的式组成。例如,该化合物可以基本上由Nd₁₋₂₀Dy₁₋₆₀Co₁₋₆₀Cu_{0.1-20}Fe_{0.5-90}原子%、Nd₇₋₁₄Dy₃₀₋₅₀Co₂₈₋₄₅Cu₁₋₁₀Fe₁₋₁₀原子%、Nd_{8.5-12.5}Dy₃₅₋₄₅Co₃₂₋₄₁Cu_{3-6.5}Fe_{1.5-5}原子%或Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%组成。该化合物可以包含小于0.12原子%的氧、小于0.0058%原子%的碳,或上述两者。在一些实例中,该化合物可以包含0.00009至0.18原子%之间的氧,或者0.028至0.1原子%之间的氧。在一些实例中,该化合物可以包含0.0001至0.09原子%之间的碳,或者0.0058至0.009原子%之间的碳。

[0021] 通常,可以在化合物中体现本说明书中所述主题的一个创新方面,该化合物包括下述中的至少一者:i)处于[6.1717,11.8917](原子%)范围内的Nd量,该范围包括端值在内,ii)处于[1.5495,4.821](原子%)范围内的Pr量,该范围包括端值在内,或iii)处于[0.2132,5.3753](原子%)范围内的Dy量,该范围包括端值在内,以及处于[0,4.0948](原子%)范围内的Co量,该范围包括端值在内,处于[0.0545,0.2445](原子%)范围内的Cu量,该范围包括端值在内,和处于[81.1749,85.867](原子%)范围内的Fe量,该范围包括端值在内。该化合物可以包含处于[13.236,16.407]原子%范围内的Nd、Pr和Dy的组合,该范围包括端值在内。该化合物可以包含至少Nd和Dy两者。该化合物可以包含至少Nd和Pr两者。该化合物可以包含Nd。该化合物可以包含0.00009至0.18原子%的氧(O)。该化合物可以包含0.028至0.1原子%的氧(O)。该化合物可以包含0.0001至0.09原子%的碳(C)。该化合物可以包含0.0058至0.009原子%的碳(C)。

[0022] 通常,可以在方法中体现本说明书中所述主题的一个创新方面,该方法包括下述操作:熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金,以及冷却熔融合金以产生铸造合金薄片。该方面的其他实施方式包括相应计算机系统、设备和在一个或多个计算机存储装置上记录的计算机程序,上述分别配置为执行该方法的操作。一个或多个计算机的系统可以配置为通过在系统中安装软件、固件、硬件或其组合以执行特定运行或操作,其中所述软件、固件、硬件或其组合在运行中引发系统执行操作。一个或多个计算机程序可以配置为通过包括指令来执行特定运行或操作,当由数据处理设备执行所述指令时,所述指令引发装置执行操作。

[0023] 通常,可以在方法中体现本说明书中所述主题的一个创新方面,该方法包括下述操作:熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金,以及使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂,以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴。该方面的其他实施方式包括相应计算机系统、设备和在一个或多个计算机存储装置上记录的计算机程序,上述分别配置为执行该方法的操作。一个或多个计算机的系统可以配置为通过在系统中安装软件、固件、硬件或其组合以执行特定运行或操作,其中所述软件、固件、硬件或其组合在运行中引发系统执行操作。一个或多个计算机程序可以配置为通过包括指令来执行特定运行或操作,当由数据处理设备执行所述指令时,所述指令引发装置执行操作。

[0024] 前述和其他实施方式可以分别任选地单独或组合地包括一个或多个下述特征。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括感应熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或

Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括电弧熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。冷却熔融合金以产生铸造合金薄片可以包括冷却熔融合金以产生铸锭,再熔融铸锭以制备第二熔融合金,以及冷却第二熔融合金以产生铸造合金薄片。

[0025] 在一些实施方式中,该方法包括使用氩气吹扫搅动熔融合金以使得Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种在整个熔融合金中均匀分布。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在惰性气氛中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。在惰性气氛中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在包含还原剂的惰性气氛中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在1.5至1.8巴之间的压力下熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。

[0026] 在一些实施方式中,熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括使用真空感应熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在1450°C下熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在氧化铝坩埚中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在锆坩埚中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在铜坩埚中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。

[0027] 在一些实施方式中,熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在密度坩埚中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括在高纯度坩埚中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金。

[0028] 在一些实施方式中,熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括熔融Nd。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括熔融Dy。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括熔融Nd和Dy。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括熔融Pr。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括熔融Tb。熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金可以包括熔融Pr和Tb。

[0029] 在一些实施方式中,熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金包括在坩埚中熔融Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种以产生熔融合金,冷却熔融合金以产生铸造合金薄片包括在坩埚中冷却熔融合金。冷却熔融合金以产生铸造合金薄片可以包括将熔融合金倾倒在冷水轮上以产生铸造合金薄片。将熔融合金倾倒在冷水轮上以产生铸造合金薄片可以包括将熔融合金倾倒在铜水冷轮上以产生铸造合金薄片。

[0030] 在一些实施方式中,冷却熔融合金以产生铸造合金薄片包括以 10^5 开尔文/秒的速率冷却熔融合金。冷却熔融合金以产生铸造合金薄片可以包括以10至100开尔文/秒的速率

冷却熔融合金。冷却熔融合金以产生铸造合金薄片可以包括在压力大于 10^{-1} 巴的真空中冷却熔融合金。

[0031] 在一些实施方式中,使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴包括当产生化合物滴时从熔融合金中除去小于约2重量%的Cu、Co、Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种。使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴可以包括产生具有至多0.04重量%或小于0.12原子%的氧浓度、具有小于0.0058原子%的碳浓度或者上述两者的化合物滴。在一些实例中,化合物滴可以包含0.00009至0.18原子%之间的氧,或0.028至0.1原子%之间的氧。在一些实例中,化合物滴可以包含0.0001至0.09原子%之间的碳,或0.0058至0.009原子%之间的碳。使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴可以包括用惰性气体喷射使熔融合金碎裂。使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴可以包括用具有500m/s速度的气体喷射使熔融合金碎裂。

[0032] 在一些实施方式中,使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴包括用具有0.18至0.58MPa压力的气体喷射使熔融合金碎裂。使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴可以包括产生具有140至180微米平均直径的化合物滴。使用喷雾雾化设备用高速气体喷射使熔融合金碎裂以产生由Cu、Co和Fe以及Nd、Pr、Dy或Tb中的一种或多种形成的化合物滴可以包括产生具有 $8.08\text{g}/\text{cm}^3$ 密度的化合物滴。

[0033] 本说明书中所描述的主题可以在特定的实施方式中实施,并可以产生下述优点中的一个或多个。在一些实施方式中,所述方法具有低的能量消耗和低的材料消耗。在一些实施方式中,晶粒边界工程(GBE)可以降低经济和/或环境成本,而不会降低最终产品(完全致密的Nd-Fe-B烧结磁体)的磁性性能和可交付价值。在一些实施方式中,GBE Nd-Fe-B磁体产品可以具有改良的性能,例如高温(例如高达 200°C)性能。在一些实施方式中,当与其他形式的磁体加工比较时,GBE可以对正在处理的磁体的厚度没有限制,例如可以允许添加材料在烧结磁体的整个主体中均匀分布。在一些实施方式中,GBE可以控制例如添加至磁性粉末的掺杂剂材料的量。在一些实施方式中,GBE可以允许精确定制磁性能以满足客户的需求。在一些实施方式中,GBE可以允许将添加材料精确加入烧结磁体以改良烧结磁体的性能,并同时保持最终烧结磁体(例如 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_1$)的原始晶粒相(例如2:14:1相)。例如,最终烧结磁体可以不包括晶粒相(例如2:14:1相)中的任何添加材料。

[0034] 在一些实施方式中,通过GBE改性生产的最终烧结磁体可以具有改良的材料腐蚀性质。在一些实例中,与其他磁体加工技术相比,GBE改性方法具有改良的加工方法学、晶粒边界特性控制、均质混合、组成与微结构控制,或者这些中的两种或更多种的组合。例如,GBE改性方法可以操纵初始烧结磁体的微结构以产生具有改良的磁性性质的最终烧结磁体。GBE系统可以控制最终烧结磁体的微结构(例如晶粒或晶畴尺寸)以增强耐蚀性和磁性性能。GBE方法可以控制晶粒基质(例如 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 基质)内的新的晶粒边界(例如 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%)的产生,其可以改良Nd-Fe-B烧结或再循环磁体主体

的腐蚀稳定性。在一些实施方式中,GBE系统产生具有改良的磁性性能、耐晶间劣化性、改良的耐蚀性,或者这些中的两种或更多种的最终烧结磁体。GBE系统可以用于由再循环磁性材料、仅仅原始磁性材料(例如用于产生铸造合金薄片和稀土过渡元素添加材料)或者上述两者的组合产生最终烧结磁体。

[0035] 在附图和下面的描述中阐述了本说明书的主题的一个或多个实施方式的细节。根据说明书、附图和权利要求,主题的其他特征、方面和优点将变得显而易见。

附图说明

[0036] 图1A-B显示了晶粒边界工程方法的实例。

[0037] 图2显示了氢混合反应器的实例。

[0038] 图3A-E显示了反应瓶,可以将其放置在托架上以允许传送反应瓶进出反应室。

[0039] 图3F-G显示了具有一对反应室的另一个氢混合反应器的实例。

[0040] 图3H和图3J显示了反应瓶,可以将其放置在托架上以允许传送反应瓶进出反应室。

[0041] 图3K显示了储存容器的实例。

[0042] 图4是显示起始材料性质范围的实例的曲线图。

[0043] 图5是对原始材料(如左侧柱子所示)与最终磁体产品(如右侧柱子所示)的组成进行比较的图表。

[0044] 图6-8是显示使用晶粒边界工程加工的磁体的示例性性质的曲线图。

[0045] 图9是应用晶粒边界工程技术的方法的实例。

[0046] 图10是喷雾雾化设备的实例。

[0047] 图11显示了对GBE最终磁体与其他Nd-Fe-B磁体的耐蚀性进行比较的曲线图。

[0048] 图12A-B显示了起始和最终磁体的剩磁可逆损失 α 。

[0049] 图13A-B显示了起始和最终磁体的矫顽磁性可逆损失 β 。

[0050] 图14显示了最终磁体的示例性性质的曲线图。

[0051] 图15显示了废弃烧结磁体和再循环磁体的磁性性质的一些实例。

[0052] 图16显示了未使用GBE方法加工的磁体的退磁曲线的实例。

[0053] 图17显示了已使用GBE方法加工的磁体的退磁曲线的实例。

[0054] 图18是可与本文件中所描述的计算机实施方法结合使用的计算机系统的框图。

[0055] 在不同附图中的相同附图编号和名称表示相同的元件。

具体实施方式

[0056] 本申请涉及一种方法,所述方法可以包括产生具有特定性能特性(如粒度、排列、密度、能量乘积(BHmax)、剩磁(Br)和矫顽磁性(iHc)的所需组合)的Nd₂Fe₁₄B永磁体。例如,晶粒边界工程(GBE)方法可以包括生产具有晶粒边界改性的富相的Nd-Fe-B永磁体。GBE方法可以由新的磁性材料(例如此前未用于消费品中的磁性材料)、再循环的磁性材料(例如此前用于消费品中的磁性材料)或上述两者产生新磁体。也可以将GEB方法称为晶粒边界改性(GBM)方法。

[0057] 如下文更详细地描述的,GBE方法保持起始磁性材料的原始晶粒相,并同时改性起

始磁性材料的晶粒边界相。例如,当产生新的Nd₂Fe₁₄B磁体时,GBE系统在最终磁性产品中保持了起始材料的至少90体积%的Nd-Fe-B 2:14:1相晶粒。GBE系统可以使用由添加材料制成的新晶粒边界相替代全部的或基本上全部的富Nd晶粒边界相。在一些实例中,GBE系统在最终磁性产品中保持约90至约99.9体积%之间的起始材料,例如2:14:1相晶粒和晶粒边界相,优选地,在最终磁性产品中包含约92至约99.75体积%之间的初始材料,例如最终磁性产品的0.25至8原子%是添加材料。在一些实例中,GBE系统保持约90至约97体积%之间的初始材料。在一些实例中,GBE系统使用新的晶粒边界相替代约3至约12体积%之间的富Nd晶粒边界相。例如,对于具有1.48至1.55T之间的Br和800至1000kA/m之间的iHc的磁体,GBE系统可以替代3至4.8体积%之间的富Nd晶粒边界相,对于具有1.31至1.38T之间的Br和1300至1700kA/m之间的iHc的磁体,GBE系统可以替代6至7.2体积%之间的富Nd晶粒边界相,或者对于具有1.18至1.26T之间的Br和1800至2500kA/m之间的iHc的磁体,GBE系统可以替代9至12体积%之间的富Nd晶粒边界相(所有值包括端值在内)。

[0058] 在一些实施方式中,GBE系统可以在约1455°C下的氩气氛中熔融合金及纯元素,例如Nd-Pr、Fe-B和Fe。一些示例性的合金可以包括下述元素:(i) Nd、Pr、Fe、FeB和B;(ii) Nd、Fe、Co、Cu和Dy或者(iii) Nd、Fe、Co、Cu、Dy、具有Nd75:Pr 25比例的组合物、具有Dy 80:Fe 20比例的组合物和Pr。在一些实例中,这些元素中的一种或多种可以与其他元素的合金组合。

[0059] GBE系统将熔融合金倾倒在以约35转/分钟(RPM)旋转的水冷铜轮上以形成铸造合金薄片。铸造合金薄片可以具有约0.2mm的厚度。铸造合金薄片可以具有约5μm至约80μm的晶粒尺寸。在一些实例中,还可以使用废弃磁体材料(例如从其他磁体的生产留下的废弃磁性材料)形成铸造金属薄片。

[0060] GBE系统例如使用喷射研磨工艺来粉碎铸造合金薄片,从而产生具有颗粒的细粉,该颗粒具有约0.9μm至约15μm之间的尺寸。GBE系统在400kA/m至1200kA/m的磁场中于约5°C至约15°C之间的惰性气氛下压制细粉以产生矩形压坯。GBE系统可在垂直于磁场的方向上对细粉施加压力。矩形压坯可以具有约35mm的长度、约37mm的宽度和约40mm的高度。

[0061] GBE系统在约1070°C下烧结矩形压坯以产生烧结压坯(例如Nd-Fe-B烧结块)。随后通过GBE系统使用晶粒边界工程法处理烧结压坯或其他烧结Nd-Fe-B磁体压坯,以仅改性Nd-Fe-B烧结块(例如或Nd-Fe-B磁体)的富稀土相。例如,GBE系统改性Nd-Fe-B烧结块的富Nd晶粒边界相。

[0062] 例如,GBE系统将Nd-Fe-B基的烧结块转移至混合反应器,且在混合反应器中放置添加材料,例如Nd-Pr或Nd-Dy-Co-Cu-Fe或Nd-Dy。

[0063] 举例而言,GBE系统可以在惰性气氛或氢气气氛的任一者中将由烧结块产生的粉末与添加材料混合。当在氢气气氛中混合时,GBE系统可以在5RPM下混合粉末与添加材料至少15小时。在一些实例中,如图1A中所示,GBE系统使用爆裂法(例如氢爆裂法)以产生细粉。GBE系统可以使用任意适宜的方法将Nd₂Fe₁₄B磁体10中的2:14:1相晶粒20与富Nd晶粒边界相30分离,或者类似地,将相晶粒与另一类型的磁性材料的晶粒边界相分离。

[0064] 在一些实例中,混合可以包括粗混与细混两者。例如,粗混可以由烧结块产生具有1μm至2000mm之间的平均尺寸的颗粒。粗混步骤可以包括在允许氢以0.9巴的压力进入之前抽空混合反应器。

[0065] 在混合后,GBE系统通过在室温下使由烧结块和添加材料形成的组合粉末暴露于氢中而使该组合粉末吸收氢。然后,GBE系统在600°C下使组合粉末原位地部分脱气,直至混合反应器中恢复真空。例如,在加工期间,GBE系统可以氧化富Nd晶粒边界相,以使得其不与氢反应。GBE系统可以筛分富Nd晶粒边界相材料,以便从Nd-Fe-B晶粒中除去富Nd晶粒边界相材料。

[0066] GBE系统随后使用喷射研磨进一步均质化组合粉末,以获得0.9至3.5 μm 的大致的细粉粒度。GBE系统可以随后筛分组合细粉以除去大的氧化颗粒。这种筛分可以除去富Nd晶粒边界相材料或者可以为单独的筛分过程。

[0067] GBE系统可以在磁场中在5-15°C之间的惰性气氛中压实组合细粉以形成磁化生坯。GBE系统可以将生坯转移至液压室,并使生坯承受60MPa的等静压。例如,GBE系统可以在液压室中压制生坯,以确保烧结产品(例如烧结和退火后)的最终密度接近理论值(例如大于4.5g/cm³)。在一些实例中,例如当磁场中形成的磁化生坯的密度大于4.5g/cm³时,GBE系统可以在磁场中压实组合细粉,而无需在液压室中压制生坯。

[0068] GBE系统可以在真空下(例如在烧结室中)烧结并退火生坯。一旦达到烧结温度,可在200-500毫巴之间的绝对压力下调节烧结室中的Ar分压。例如,引入Ar(例如在最大烧结温度下约20分钟后)可以辅助烧结过程达到烧结体的全密度,例如全致密烧结磁体。

[0069] 在一些实施方式中,GBE加工的结果是具有改性晶粒边界50的全致密Nd-Fe-B烧结磁体40,例如如图1B中所示,其中GBE系统可以控制全致密烧结磁体中的掺杂或添加材料的量。GBE法可以是用于定制烧结磁体的磁性能的可重现的且精确的方法,且其可以提供重稀土元素(例如Dy、Tb等)的显著减少,添加材料在全致密烧结磁体的整个主体中(例如在整个改性晶粒边界50中)的均匀分布以及定制化的微结构设计(例如根据客户的需求)。

[0070] 新的Nd-Fe-B产品40可以显示出改良的耐温性(矫顽磁性, iH_c)、温度属性和耐蚀性。GBE方法可以减少镝(Dy)材料输入需求,并降低基本操作成本。GBE法可以组合81-99.9原子%的磁性材料和/或磁体与0.1-19原子%的稀土元素添加物。GBE法与回收和磁性能的改良密切相关。一些实施方式可以减轻稀土供应风险和终端用户对稀土价格波动的易受影响性,在创建更加可持续的磁体供应链中起到重要作用,或者这些中的任意两者或更多者的组合。在一些实施方式中,通过使用更少的Dy材料输入而降低了材料输入需求成本。可以减少材料、废弃物、污染物及能源方面的资源需求,并同时获得相应的益处。

[0071] GBE的方法可以使用氧抑制的方法。例如,使用晶粒边界工程制造的Nd-Fe-B烧结磁体可以具有1.98原子%或更低,或者1.32原子%至1.98原子%之间(该范围包括端值在内)的氧含量。使用晶粒边界工程制造的Nd-Fe-B烧结磁体中的氧含量的原子百分比的一些实例包括1.00原子%、1.10原子%、1.32原子%、1.33原子%、1.49原子%、1.51原子%、1.74原子%、1.81原子%、1.83原子%、1.91原子%和1.98原子%。

[0072] 方法可以包括添加新的稀土材料,该新的稀土材料在起始材料的0.1至19原子%范围内。一些实施方式的进一步的细节和可选特征包括维持、改良和/或提供特定的目标Nd-Fe-B磁体性能特性的操作。此类性能特性可以包括粒度、排列、密度、能量乘积(BH_{max})、剩磁(B_r)和矫顽磁性(iH_c)的所需组合。

[0073] 在混合相中,将材料与添加物混合以实现成品中所需的最终性质。混合过程可以包括破碎、碾磨、研磨或使用氢将材料破裂成粗粉。在一些实施方式中,使用氢混合反应器

将磁体(例如Nd-Fe-B或Sm₂Co₁₇型磁体)加工成粉末,并将粉末材料与添加物原位组合以改良矫顽磁性。

[0074] 用于混合的方法包括研磨、切割、高能球磨、辊磨、锯切、喷射研磨、翻滚、摇动、颞式破碎和氢混合。在一些实施方式中,氢混合是用于均化起始材料与新鲜稀土元素添加物的方法。在氢混合过程中,氢进入磁体的 ϕ 相(例如Nd₂Fe₁₄B)和富稀土晶粒边界并与稀土元素反应,从而形成氢被捕获于结晶结构中的氢化物。由于氢吸收和氢化物形成,晶体结构膨胀,从而导致脆性结构碎裂。该结果可以有效用于混合,且同时有效用于使材料和添加物碎裂。

[0075] 本文所使用的术语“碎裂”理解为固体材料的任意类型的分割,包括机械、化学、热、辐射或包括其组合的任意适宜方法。碎裂程度可以从粗分割至完全分解为细粉。

[0076] 使用氢混合反应器以及必要的稀土元素添加物和/或新鲜元素的氢化添加物原位生产所需的细的且无杂质的粉末混合物可以有效地用于改进Nd-Fe-B型烧结磁性材料的磁性性能。可以包括0.1重量%-19重量%(优选1%)的附加元素添加物的添加,以改善磁性材料的磁性性能和物理性质(例如密度或耐蚀性)。可以将添加物和磁性材料加入氢混合反应器中,以产生包含Pr₇₅Nd₂₅H_x的稀土的粗粉混合物,其中x是1至3的摩尔分数。

[0077] 图2显示了将磁性材料(例如烧结磁体)破裂成颗粒并混合颗粒的氢反应混合器的实例。磁性材料可以是废弃磁性材料、来自寿命结束产品的磁性材料或新产生的磁性材料(例如尚未用于消费品中的磁性材料)。在一些实例中,磁性材料可以来自再循环磁性材料产生的新形成的烧结磁体。

[0078] 在一些实施方式中,氢混合反应器混合元素添加物与颗粒。氢混合反应器可以产生具有约1微米至约2毫米之间或约4至约7微米之间的目标平均直径的颗粒。氢混合反应器包括分别置于混合室122、124中的两个容器102、104,各容器具有内衬110,所述内衬110固持磁性材料并促进气体穿过内衬110中的孔围绕磁性材料循环。

[0079] 在容器102、104中的一个含有稀土材料的同时用氢气填充该容器会引发磁性材料由于氢混合而碎裂。暴露于氢气可持续约1至40小时之间。暴露可以是更短或更长时间,并且可以根据如下来选择压力和温度:工艺工程的要求、实现目标粒度所使用的其他加工阶段、实现目标均质混合物所使用的其他加工阶段,或者这些中的两者或更多者的任意组合。

[0080] 具有孔的扩散促进装置112(如通气管或导管)可用于确保氢混合引发反应器容器102、104中的磁体破裂,以及确保颗粒物的堆积不会阻碍磁性材料中的一些暴露于氢气。诸如搅拌器、风扇或气体进口的循环促进器(未示出)可以有助于促进氢气流入容器102、104中。可以通过位于各容器102、104底部的搅拌器搅拌穿过内衬110的孔下落的磁性材料。

[0081] 可以提供可移除的盖114用于将磁性材料引入容器102、104中。例如,可以在图2所示的容器102、104中放置磁性材料。在具有或不具有受控环境的情况下,可以通过传送带或手动将磁性材料转移至内衬110中。可以将小部分稀土过渡元素添加材料添加至内衬110,以使得由磁体制成的最终产品的性能达到预定规格的剩磁、能量乘积和/或矫顽磁性。在一些实例中,可在混合后将添加物添加至压碎的磁性材料以调节最终产品的性质。添加材料的一些实例可以包括Nd、Pr、Dy、Gd、Tb、La、Ce、Yb、Ho或Eu,或者这些的两种或更多种的组合。

[0082] 容器102、104可以承受预定压力。例如,氢混合反应器可以包括真空泵。在一些实

施方式中,压力可以增加至60巴。容器102、104也可承受较低压力。容器102、104可以具有恒温控制加热器116和压力调节控制器。

[0083] 氢混合反应器包括气源连接件138,其通过泵送组件128和阀门组件133将氢或其他气体引入容器102、104中。泵送组件128、阀门组件133a、气体管理部件144或者这些中的两者或更多者的组合可以将气体直接供入扩散促进装置112中,以确保容器102、104中的磁性材料的全容量灌注。在一些实例中,泵送组件128和阀门组件133可以连接容器102、104,从而允许容器102、104的真空泵抽空(例如用于气体的脱气或主要装载),从一个容器泵送气体至另一容器(例如以回收氢气),排放至大气(例如使用通向外部大气的环境连接件132),加压容器102、104,用惰性气体回填容器102、104中的一者或两者,执行其他回收过程,或者这些中的两者或更多者的组合。可以将控制器140连接至阀门组件133和泵送组件128以使容器102、104之间的氢混合过程和氢转移自动化。

[0084] 在氢混合过程中,磁性颗粒从容器102、104穿过斜槽126下落至室120中。可以从室120中移出磁性颗粒以用于进一步加工。在一些实施方式中,可在斜槽126与容器102、104之间的开口处采用承压阀门。

[0085] 在一些实施方式中,使用气体管理部件144使得容器102、104中的一个为气密的并将其抽空。随后可以使用来自气源的氢(例如经由泵送组件128)填充选定的容器102、104,以将选定的容器102、104准备好用于磁性材料的混合和碎裂。在混合和碎裂后,可以例如通过从选定的容器102、104抽空氢,并将氢转移至另一容器104、102,从而通过气体管理部件144将氢转移至另一容器104、102。当各容器的内容物经历氢混合时,可以回收氢并将其转移至另一容器102、104,并在另一容器中重复氢混合过程。

[0086] 在一些实施方式中,气体管理部件144中包括气体储存室,且从容器102、104中的一者抽出的氢在被转移至另一容器102、104之前(例如在氢混合循环之间),在气体储存室(未示出)中暂时储存。气体储存室的使用可以允许氢混合反应器仅包含一个容器。在一些实例中,氢混合反应器可以包含超过两个容器。气体储存室可以包含构成各级的多个室,对所述多个室的体积进行选择,以通过将转移期间的压降或压升最小化来使转移气体进出室和容器102、104的能量经济最大化。

[0087] 图3A显示了输送架216上的一组四个反应瓶212,该输送架传送反应瓶212进出反应室,例如图3F所示的反应室202、202' 中的一个。反应室202、202' 可以结合或代替图2中所示的氢混合反应器使用。在一些实例中,反应瓶212可与图2中所示的氢混合反应器(例如显示为容器102、104)一起使用。例如,气体管理部件144可以使用惰性气体(例如Ar或N)填充瓶212,随后用磁性材料(例如新烧结的磁体)填充该瓶。可将诸如磁体(例如待氢化的磁体)的磁性材料206从传送斜槽208装载至反应瓶212中。可以在惰性气氛中将磁性材料206装载至反应瓶212中,以防止污染磁性材料206,如被氧污染。

[0088] 在一些实施方式中,可以将小部分稀土过渡元素添加材料添加至反应瓶212。可以对稀土过渡元素添加材料进行选择,以使得由磁性材料206及稀土过渡元素添加材料生产的最终产品的性质达到预定规格的剩磁、能量乘积和矫顽磁性。在一些实例中,在反应室202、202' 中混合和碎裂材料后,可以将稀土过渡元素添加材料的氢化物添加至氢化磁性材料206。

[0089] 各反应瓶212均可以包含通气管213或促进反应瓶中的气体扩散的另一装置。例

如,通气管213可以是侧面具有开口的圆筒,该开口允许气体扩散,使得气体到达位于各瓶212中心处的磁性材料。

[0090] 瓶212和通气管213可以在顶部打开,以允许氢气进入瓶212和通气管213中并接触瓶212内含有的磁性材料206,和/或允许将磁性材料206装载至瓶212中。

[0091] 当在瓶212内放置磁性材料215(例如磁体)时(图3B中所示),可将转移覆盖件214附接于输送架216以使瓶212及其内容物与外部大气隔离。由覆盖件214和输送架216形成的容器可防止气体泄漏,以使得容器的内部体积可维持惰性气体的气氛,防止环境空气接触磁性材料215。例如,在惰性气氛中用磁性材料215装载瓶212后,可使用覆盖件214和在具有惰性气氛的空间外部储存的输送架216覆盖瓶212。例如,图3E显示了在将已装载的瓶212放置在输送架216上并将覆盖件214放置在已装载的瓶212顶部上之前的已装载的瓶212的实例。可以在瓶212在输送架216上的同时装载瓶212,或者可以装载瓶212并随后将其置于输送架216上。

[0092] 图3F-G显示了具有一对反应室202、202'的另一氢混合反应器的实例。将反应室202、202'连接至上文所述的气体管理部件144并通过该气体管理部件互相连通。气源138可提供用于如惰性气体和氢的多种气体的相应连接。环境连接件132可以提供通向大气的排放。参见图2,气体管理部件144如上文所述操作,其将气体从一个反应室202转移至另一反应室202'且反之亦然,而非在容器102、104之间转移。

[0093] 将覆盖的输送架260(例如输送架216)滚动至反应室202中的第一个,同时在另一反应室202'中(例如置于另一反应室202'中的另一输送架上的瓶)发生氢化。一旦覆盖的输送架260处于反应室202中,将覆盖件214从输送架260上移除,并关闭反应室202上的舱口252。然后可以使用惰性气体(例如在完成另一反应室202'中的加工后从另一反应室202'转移的惰性气体)填充反应室202。

[0094] 气体管理部件144可以将来自氢源的氢供应至反应室202以获得所需压力。例如,当完成反应室202'中的氢化时,气体管理部件144将氢从反应室202'转移至反应室202中,并将反应室202加压至目标压力。气体管理部件144可以通过如下方式引发反应室202中的氢化:将氢气(例如加压氢气)从反应室202通过覆盖件232或瓶中的其他开口引入瓶212中。

[0095] 氢混合过程可以产生具有约1微米至约2mm之间(例如当氢混合反应器执行初始混合过程时)或约4微米至约7微米之间(例如当氢混合反应器执行第二混合过程时)的平均直径的磁性颗粒。在一些实例中,图3F-G中所示的氢混合反应器可执行这两个过程,图2中所示的氢混合反应器可执行这两个过程,或者反应器中的一个可执行一个过程,而另一反应器可执行另一个过程。例如,图2中所示的氢混合反应器可执行第一混合过程,且图3中所示的氢混合反应器可执行第二混合过程。

[0096] 气体管理部件144可从反应室202'抽空(例如完全抽空)气体,并将气体放入反应室202中以便在反应室202中的加工期间使用,或者将气体放入存储室或容器中。反应室202内的恒温调节加热器257(图3G中所示)可由控制器调节以提供目标温度。

[0097] 当氢化过程在反应室202中进行时,气体管理部件144用惰性气体回填反应室202'。如图3G所示,随后打开通向反应室202'的舱门252',并在输送架260'上放置覆盖件214'。氢化物磁体材料(现减小为颗粒)随后用输送架260'移出反应室202'。

[0098] 在反应室202中完成氢化后,气体管理部件144从反应室202抽出过量氢气。例如,

对于置于反应室202'中的一个或多个瓶212可以再次开始氢化过程,并将过量氢气从反应室202转移至反应室202' (例如,并在经加工的磁性材料中留下一些氢材料)。

[0099] 在一些实施方式中,可以使用覆盖件232关闭瓶212(图3C-D和3J所示),该覆盖件232充当漏斗,以在阀门234打开时(例如当瓶212处于倒置位置时)能够将回收的氢化物磁体颗粒引导通过斜槽237。可以将覆盖件232移除,例如以允许磁性材料206进入瓶212,并且随后在各瓶212上放置覆盖件232。

[0100] 参见图3J,在惰性气氛中,在瓶212上放置覆盖件232,并可以将瓶密封并从惰性气氛移出而无需覆盖件214。可以通过输送架216运送瓶212或者单独运送瓶212。

[0101] 图3K显示了用于从瓶212接收的磁性颗粒的储存容器240的实例。瓶212上的阀门234接纳包含在储存容器240中的喷嘴265,以便密封通向瓶212中的通气管213的歧管267。吹风机266将惰性气体供应通过歧管267并进入通气管213中,以便将磁性颗粒从瓶212移入储存容器240。惰性气体可在进入瓶212中的一个后循环回到储存室240中。

[0102] 惰性气体可以以切向流或径向流(或者这两者)流出通气管213,如图3H所示,该图为瓶212和通气管213的横截面。箭头显示了喷射通过通气管213中的切向指向的槽缝的惰性气体的切向图案。惰性气体流的切向图案可以协助从瓶212的内壁除去颗粒,并促进从瓶212完全清空磁性颗粒。

[0103] 阀门234可以具有闸板配置,例如以允许喷嘴265进入瓶212中。可以在喷嘴265上放置覆盖件268,以在移出瓶212时密封储存容器240。

[0104] 图4是显示起始材料(例如来自各种不同类型的消费品,并包括各种不同磁性性质的再循环磁体)的性质范围的实例的图。图上绘制的泡圈302表示可以应用该方法的起始材料的大致范围。该方法也可以应用于泡圈302以外的其他起始材料。

[0105] 图5是对原始磁性材料(如左侧柱子所示)与由该方法产生的最终磁体产品(如右侧柱子所示)的组成进行比较的图表。在起始材料中,稀土金属的组成可以大于或小于18原子%,由左侧柱子的“R”区域表示。在原始磁性材料的晶粒中或在晶粒边界相材料中可以包括稀土金属。在加工期间从起始磁性材料(例如从晶粒边界相材料)除去一定量的稀土金属“X”。例如,GBE系统可以从原始磁性材料除去基本上全部的富Nd晶粒边界相。为了使最终的Nd-Fe-B产品具有与原始磁体类似的组成,必须添加新的稀土材料(即纯料)。新的稀土材料(例如添加材料)可以代替从原始磁性材料除去的富Nd晶粒边界相。

[0106] 在图5中,纯料由“V”区域表示,且大致等于在加工期间除去的稀土金属的量,或“X”。在成品中,稀土金属的最终百分比至少是起始磁性材料中的百分比,但不高于18原子%。如果起始磁性材料中的稀土材料“R”的百分比低至左侧柱子中两条虚线中的较低者(例如小于18原子%),则右侧柱子中所示的最终磁体产品中的最终稀土原子百分比至少等于相同百分比,如延长的较低的虚线所描述。然而,如果起始材料中的稀土金属的百分比大于18原子%,则成品磁体中的原子百分比限于18%,如在右侧柱子中被18%线覆盖的上面的虚线所示。

[0107] 在成品中,最终的稀土原子百分比为1,其中纯料的各组分Nd、Pr、Dy、Gd、Tb、La、Ce、Yb、Ho和/或Eu的百分比在原始材料中的各组分百分比的0.1至19原子%范围内,且Nd或Pr或者这两者的百分比大于零。下述公式进一步描述了一些实施方式:在起始磁体材料中, $R = s(\text{Nd}) + s(\text{Pr}) + s(\text{Dy})$;在最终Nd-Fe-B产品中, $T = f(\text{Nd}) + f(\text{Pr}) + f(\text{Dy})$,如第19段中所定

义的;以及添加的纯料 $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 19$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。出于说明性目的,考虑下述实例:如果起始磁体材料中的Nd、Pr和Dy的原子百分比值分别为9.77、2.96和0.92,则将相应值代入公式 $R=s(Nd)+s(Pr)+s(Dy)$ 中得出 $R=9.77+2.96+0.92$,或 $R=13.65$ 。在相同实例中,新的Nd-Fe-B烧结磁体中的Nd、Pr和Dy的原子百分比值可以分别为10.74、3.26和0.91。在将新的Nd-Fe-B烧结磁体的值代入公式 $T=s(Nd)+s(Pr)+s(Dy)$ 中后,则T等于 $10.74+3.26+0.91$,或 $T=14.91$ 。在相同实例中,如果在GBE法期间加入纯料,且纯料含有Nd、Pr和Dy的原子百分比值分别为0.2、0.3和0.4,公式 $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 得出 $V=0.2+0.3+0.4$,或 $V=0.9$ 。纯料或V的公式有两个限制条件:最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 19$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在我们的实例中, $p+q+r=0.9$ 原子%,其满足第一个限制条件,即 $p+q+r$ 的值必须大于或等于0.1原子%且小于或等于19原子%。该实例也满足纯料公式的第二个限制条件:T大于或等于R或18的集合的最小值。在该实例中,T为14.19,且R或18的集合的最小值为R(为13.65),因此T大于或等于R或18的集合的最小值。

[0108] 在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 15$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 12$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 8$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 5$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 3$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 2$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。在一些实施方式中, $V=Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$,其中最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 1$ 原子%且 $T \geq \min(R, 18$ 原子%)。

[0109] 在一些实施方式中,X是从原始磁体除去的RE(Nd,Pr,Dy)原子%,且 $p+q+r \geq X$ 。在一些实施方式中,添加物使得在最终Nd-Fe-B烧结产品中, $f(Nd)+f(Pr) > 0$,其中f是以起始Nd-Fe-B烧结磁体材料的原子%表示的分数。在一些实施方式中, $f(Nd)+f(Pr)+f(Dy) \leq 18$ 。在一些实施方式中, $f(Co) \leq 3$ 。在一些实施方式中, $f(Cu) \leq 0.3$ 。在一些实施方式中, $f(Fe)+f(Co) \leq 77$ 。在一些实施方式中, $f(Dy)+f(Nd)+f(Pr) \geq R$ 。

[0110] 在一些实施方式中,元素添加物是 $Nd[0.1-19$ 原子%* $s(Nd), x]Pr[0.1-19$ 原子%* $s(Pr), y]Dy[0.1-19$ 原子%* $s(Dy), z]Co[0, d]Cu[0, e]Fe[0, f]$,其中[m,n]意指从最小值m至最大值n的范围; $s(t)$ 是起始组成中的元素t的原子百分比; $f(t)$ 是最终组成中的元素t的原子百分比; $x=18-[81, 99.9]$ 原子%* $(s(Nd)+s(Pr)+s(Dy))$; $y=18-[81, 99.9]$ 原子%* $(s(Nd)+s(Pr)+s(Dy))$; $z=18-[81, 99.9]$ 原子%* $(s(Nd)+s(Pr)+s(Dy))$; $d=3-[81, 99.9]$ 原子%* $s(Co)$; $e=0.3-[81, 99.9]$ 原子%* $s(Cu)$; $f=77-[81, 99.9]$ 原子%* $(s(Fe)+s(Co))$ 。

[0111] 在一些实施方式中,(i) 纯料(例如 $Nd_pPr_qDy_r$)需要在最终产品的 $0.1 \leq p+q+r \leq 19$ 原子%范围内且 $T \geq \min(R, 18)$,其中 $T=f(Nd)+f(Pr)+f(Dy)$ 和 $R=s(Nd)+s(Pr)+s(Dy)$;(ii) $p+q+r \geq X$,其中X是从原始磁体除去的RE(Nd,Pr,Dy)原子%;(iii) $T \leq 18$ 原子%;(iv) $f(Nd)+f(Pr) > 0$,其中f是最终产品的原子%分数;(v) $f(Nd)+f(Pr)+f(Dy) \leq 18$;(vi) $f(Co) \leq 3$;(vii) $f(Cu) \leq 0.3$;(viii) $f(Fe)+f(Co) \leq 77$;以及(ix) $f(Dy)+f(Nd)+f(Pr) \geq R$ 。

[0112] 除了稀土金属以外,起始磁性材料和成品磁体两者的剩余物可以包含Fe、Co、Cu、

Al和其他元素。在一些实例中,可以使用其他类型的磁性材料。用其他类型的磁性材料制成的最终磁体产品可以具有磁性材料的不同组成。

[0113] 下述实施例表明可以根据晶粒边界工程技术加工起始磁体材料以生产最终的Nd-Fe-B磁体,该最终的Nd-Fe-B磁体保持了或者最小损失了包括剩磁(Br)在内的某些磁性性质;并且改良了包括耐温性(iHc)和温度属性在内的其他性质,同时更有效地使用和优化了Nd-Fe-B最终产品中的镝(Dy)含量,其可以降低成本和供应的易受影响性。在一些实施方式中,该方法不受限于磁体主体的厚度。例如,将稀土过渡元素添加材料(例如Nd₁₋₂₀Dy₁₋₆₀Co₁₋₆₀Cu_{0.1-20}Fe_{0.5-90}原子%、Nd₇₋₁₄Dy₃₀₋₅₀Co₂₈₋₄₅Cu₁₋₁₀Fe₁₋₁₀原子%、Nd_{8.5-12.5}Dy₃₅₋₄₅Co₃₂₋₄₁Cu_{3-6.5}Fe_{1.5-5}原子%或Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%)用于Nd-Fe-B最终产品的晶粒边界相可允许Nd-Fe-B最终产品是任意厚度,例如大于6毫米厚。

[0114] 实施例1

[0115] 这些实施例表明可以使用GBE法用最少量的掺杂剂改良永磁体的总体磁性性能。例如,GBE法可导致矫顽磁性增加27%和剩磁减少0%(如图6中所示),或者矫顽磁性增加83%和剩磁减少6%(如图7中所示),或者矫顽磁性增加60%和剩磁减少3%(如图8中所示)。例如,图6显示了具有0.5原子%的添加物(例如Nd或Dy)的产生高能量的Nd-Fe-B型烧结磁体的变体的实例。具有0.5原子%添加物的最终磁体具有1.423T的剩磁(Br)、1042kA/m的矫顽磁性(iHc)和391kJ/m³的能量乘积(BH_{max})。图7显示了具有3原子%的添加物(例如Dy)的产生适于高温应用的高矫顽磁性的Nd-Fe-B型烧结磁体的变体的实例。具有0.3原子%添加物的最终磁体具有1.29T的剩磁(Br)、1900kA/m的矫顽磁性(iHc)和323kJ/m³的能量乘积(BH_{max})。这两个磁体的密度均为7.56g/cm³。

[0116] 在一个实例中,具有图6中所示性质的磁体可以包含0.5原子%的Nd掺杂剂。磁体的起始材料可以具有下表1中所示的在加入Nd掺杂剂之前的称为“起始材料”的组成,和在加入Nd掺杂剂之后的称为“最终材料”的最终组成。在一些实例中,该磁体可以具有高能量。

[0117]

表 1: 0.5 原子%的 Nd 掺杂剂

阶段	Nd (原子%)	Pr (原子%)	Dy (原子%)	B (原子%)	Al (原子%)	Fe (原子%)	C (原子%)	O (原子%)
起始材料	10.50	3.04	0.12	6.92	0.52	平衡	0.31	0.95
最终材料	11.39	3.01	0.37	6.85	0.52	平衡	0.31	1.00

[0118]

起始材料	10.50	3.04	0.12	6.92	0.52	平衡	0.31	0.95
最终材料	11.39	3.01	0.37	6.85	0.52	平衡	0.31	1.00

[0119] 在一个实例中,具有图7中所示性质的磁体可以包含3原子%的Dy掺杂剂。磁体的起始材料可以具有下表2中所示的在加入Dy掺杂剂之前的称为“起始材料”的组成,和在加入Dy掺杂剂之后的称为“最终材料”的最终组成。在一些实例中,该磁体可以具有高的矫顽磁性。

[0120]

阶段	Nd (原子%)	Pr (原子%)	Dy (原子%)	B (原子%)	Al (原子%)	Fe (原子%)	C (原子%)	O (原子%)
起始材料	9.97	3.18	0.17	5.81	0.75	平衡	0.37	0.22
最终材料	9.80	2.98	1.37	5.62	0.76	平衡	0.62	0.53

[0121] 在一些实例中,表1和表2中所示磁体的组成可以约0.009至约0.08原子%之间的准确度。在一些实例中,表1和表2中所示的磁体可以包含其他微量掺杂剂。

[0122] 晶粒边界工程可以不限于约6mm的磁体烧结体的厚度。例如,系统可以进行晶粒边界工程以形成大于约6mm厚或大于6mm厚的烧结磁体。在一些实例中,使用晶粒边界工程法形成的磁体的厚度为6mm厚或更厚。

[0123] 图8显示了经GBE加工的烧结磁体的退磁曲线的实例,该烧结磁体含有向Nd-Fe-B型烧结磁体加入的不同量的Dy添加物。例如,可以将本申请所述的GBE技术在重量量级上应用于烧结磁体,通过加入0.5原子%的添加材料、2.0原子%的添加材料或3.0原子%的添加材料来改良剩磁和矫顽磁性,以获得图8中所示的各个性质。

[0124] 图9是应用晶粒边界工程技术的方法900的实例。可以使用上述系统中的一个或多个来进行方法900。

[0125] 在902处,该方法形成铸造合金薄片。例如,GBE系统熔融合金、纯元素或者这两者,并将熔融合金倾倒在水冷铜轮上以形成铸造合金薄片。铸造合金薄片包含多个2:14:1相晶粒(例如Nd₂Fe₁₄B₁)。在一些实例中,每个铸造合金薄片均包含2:14:1相晶粒。在一些实例中,铸造合金薄片的一些包含2:14:1相晶粒,且铸造合金薄片的一些包含a)包含其他材料(例如除Nd、Fe或B以外的材料,如污染物)的晶粒,或b)包含不同组成(例如除Nd₂Fe₁₄B₁以外的组成)的Nd-Fe-B的晶粒。

[0126] 元素的组合(所述元素在合金中使用、单独作为纯元素使用或者与合金和纯元素组合使用)可以包括:(i)Nd、Pr、Fe、FeB和B,(ii)Nd、Fe、Co、Cu和Dy,(iii)Nd、Fe、Co、Cu、Dy、具有Nd75:Pr25比例的组合物、具有Dy80:Fe20比例的组合物和Pr,(iv)Nd₂Fe₁₄B,(v)Dy₂Fe₁₄B,(vi)Pr₂Fe₁₄B,(vii)Tb₂Fe₁₄B,(viii)Nd₂Co₁₄B,(ix)Pr₂Co₁₄B,(x)Tb₂Co₁₄B,(xi)Nd₂Ni₁₄B,(xii)Pr₂Ni₁₄B,(xiii)Tb₂Ni₁₄B,(xiv)V₂FeB₂,(xv)NbFeB,(xvi)MoFeB,(xvii)ZrFeB,(xviii)TiFeB,(xix)富Nd,(xx)CoNd₃,(xxi)NiNd₃,(xxii)GaNd,(xxiii)Nd-氧化物,(xxiv)Pr-氧化物,(xxv)RE-碳化物,(xxvi)Nd-氟氧化物,(xxvii)Re-氮化物或者(xxviii)这些的两种或更多种的组合。在一些实施方式中,元素中的一些或全部可以来自废弃磁体材料。在一些实施方式中,元素中的一些或全部来自新的磁体材料,例如此前尚未用于消费品的磁体材料。

[0127] 在904处,该方法将铸造合金薄片粉碎以形成初始粉末。例如,GBE系统可以使用喷射研磨系统,或另一适宜系统(例如在Ar或He或另一惰性气体下的高速能量研磨)由铸造合

金薄片产生初始粉末。在一些实施方式中,GBE系统可以使铸造合金薄片暴露于在约20至约150°C之间的温度和至多约1至约10巴的压力下的氢气,以爆裂铸造合金薄片。GBE系统在产生初始粉末时保持2:14:1相晶粒,或保持约90至97体积%之间的那些晶粒。

[0128] 在906处,该方法对准和压制初始粉末以产生初始压坯。例如,GBE系统由初始粉末产生压坯。

[0129] 在一些实施方式中,在合金加工期间(例如在制备和形成铸造合金薄片、产生初始粉末、产生初始压坯或者这些中的两者或更多者期间)可能损失来自初始元素的一些硼。在一些实施方式中,可以在合金加工期间混合氧、碳或者这两者与粉末。例如,合金可以最初是Nd_{14.2}Fe_{79.3}B_{6.5}(原子%),且初始压坯可以是Nd_{14.2}Fe_{79.55}B_{6.1}Co_{0.05}O_{0.1}(原子%)。在一些实例中,合金可以最初是Nd_{31.284}Fe_{67.6427}B_{1.0733}(重量%),且初始压坯可以是Nd_{31.2275}Fe_{67.7335}B_{1.0054}Co_{0.0092}O_{0.0244}(重量%)。

[0130] 在908处,该方法烧结初始压坯。例如,GBE系统由初始压坯产生全致密烧结磁体。在一些实施方式中,可以在烧结期间将氧、碳或者这两者加入初始压坯。例如,GBE系统可以在烧结过程期间将润滑剂加入初始压坯,或者作为烧结过程的一部分,GBE系统可以将润滑剂加入初始压坯,且由于润滑可以将氧、碳或者这两者加入初始压坯。在一些实例中,烧结过程可以包括使用氩气,并且可以例如在烧结期间将氩气中存在的氧加入初始压坯。

[0131] GBE系统可以进行步骤902至908以产生具有多个2:14:1相晶粒的烧结磁体,且随后使用下文所述的步骤910至918加工烧结磁体,以在最终产品中维持烧结磁体的2:14:1相晶粒。例如,方法900可以保持在步骤908中产生的全致密烧结磁体中的铸造合金薄片中所产生的全部或约90至97体积%之间的2:14:1相晶粒,并保持在上下文中更加详细描述步骤910中产生的粉末中的全致密烧结磁体的全部或约90至97体积%之间的2:14:1晶粒。

[0132] 在一些实例中,GBE系统接收新的磁体(例如尚未用于商业过程的磁体)或者未被使用过多的磁体,并加工该磁体而不进行步骤902至908。GBE系统可以使用任意适宜类型的烧结磁体而不进行步骤902至908。

[0133] 在910处,该方法将磁性材料放入混合设备中以产生粉末。混合设备可以使磁性材料经受加压氢气气氛达预定时间、温度、转速等。例如,可以通过图2、图3G或这两者所示的氢混合反应器或者另一适宜混合设备来加工磁性材料。GBE系统(例如混合设备)在产生粉末时保持来自磁性材料的全部或全部的约90至97体积%之间的2:14:1相晶粒。在一些实施方式中,当GBE系统由初始烧结磁体产生粉末时,GBE系统从初始烧结磁体中除去旧的富Nd晶粒边界相。

[0134] 在一些实例中,可以在混合前或混合后将稀土过渡元素添加材料加入磁性材料。在一些实施方式中,以99.9:0.1至81:19原子%之间的比例将Nd-Fe-B磁体(例如磁性材料)和稀土元素添加物(例如Nd_{1-x}Pr_x)一起放入混合设备并均匀地混合在一起(例如原位混合)。在一些实例中,将99.9:0.1至94:6原子%之间比例(特别是99.9:0.1至99:1原子%之间比例)的磁性材料与稀土过渡元素添加材料均匀地混合在一起。可以在步骤910之后单独碎裂稀土过渡元素添加材料并将其加入磁性材料。

[0135] 例如,GBE系统可以将Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%的稀土过渡元素添加物与Nd₂Fe₁₄B粉末混合以产生复合粉末,并任选地用Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%材料替代通常存在于烧结Nd-Fe-B型磁体主体中的旧的富Nd晶粒边界相。在一些实例中,GBE系

统可以使用 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%细粉的瞬间热解来形成前体,并将前体与 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 粉末混合产生复合粉末。GBE系统可以使用氢混合反应器用于第一混合步骤,所述第一混合步骤例如将精细 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%颗粒分散至 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 粉末中。

[0136] 在一些实施方式中,GBE系统可以使用电弧熔融、RF(射频)、书型模制、薄带铸造或雾化或者其他适宜的方法产生 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%稀土过渡元素添加材料(例如前体),以制备最终前体的最佳组成。在一些实例中,前体中的元素(例如Nd、Dy、Co、Cu和Fe)的纯度水平是95%或更高(例如99.9%的纯度),以生产 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%的稀土过渡元素添加材料。

[0137] 在一些实例中,GBE系统可以使用熔融制备过程(例如真空感应熔融)来制备稀土过渡元素添加材料。例如,GBE系统可以使用多组分高合金材料的真空感应熔融制备,所述多组分高合金材料包括至少铜、钴、铁和一种或多种改性剂元素(例如钨、锆、铈、铪以及这些中的两种或更多种的组合)。GBE系统可以使用合金材料替代烧结磁体中存在的富Nd晶粒边界相。

[0138] 例如,GBE系统可以在氧化铝或钨坩埚(例如高密度坩埚、高纯度坩埚或者这两者)中熔融合金元素(例如Nd、Pr、Fe、Dy、Tb、Co、Cu元素)以制备元素(例如五种元素)的化合物。化合物的一些实例可以包括 $\text{Nd}_2\text{Dy}_7\text{Co}_6\text{CuFe}_{0.33}$ 、 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%、 $\text{Pr}_{11.92}\text{Tb}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%或 $\text{Pr}_2\text{Tb}_7\text{Co}_6\text{CuFe}_{0.33}$,例如参见表3和表4。例如,Nd元素可被Pr取代和Dy元素可被Tb取代。

[0139] GBE系统在 1450°C 下熔融元素以产生熔融合金,并将熔融合金材料从氧化铝或氧化钨坩埚中倾倒入水冷铜轮上以产生铸造合金薄片。在一些实例中,GBE系统可以在坩埚中将熔融合金冷却至室温,以由化合物产生块。GBE系统可以例如以 10^5 开尔文/秒的速率迅速冷却熔融合金以产生带铸合金薄片,例如以获得尺寸小于50微米的薄片。在实例中,当GBE系统缓慢冷却熔融合金时,GBE系统可以以10开尔文/秒至100开尔文/秒之间的速率冷却熔融合金。

[0140] GBE系统可以在Ar气氛(例如在约1.5巴绝对压力下)或另一惰性气体(例如氮)中熔融元素。在一些实例中,GBE系统可以在真空允许环境中熔融元素。例如,当GBE系统在化合物的熔融和产生期间(例如对于稀土过渡元素添加材料合金而言)使用惰性气体或真空时,GBE系统可以在合金中略微增加氧含量、碳含量或者这两者。在一些实例中,当GBE系统在化合物的熔融和产生期间使用惰性气体或真空时,GBE系统可以抑制铈、铈、铈或者这些中的两种或更多种例如由于蒸发所导致的损失。

[0141] 在一些实施方式中,对于55Kg的装载规模,GBE系统可以使用至少400V、3000Hz和100KW功率的感应熔融过程。GBE系统可以在元素熔融期间使用的惰性气氛中包含可操作量的还原剂。例如,GBE系统可以使用氢作为还原剂。在一些实例中,GBE系统可以通过使氩吹扫穿过多孔坩埚的底部来搅动坩埚中的元素,从而实现元素在熔体中的均匀分布。

[0142] GBE系统可以通过制备上文所述的化合物来减少引入稀土过渡元素添加材料中的O、C或者这两者的量(例如与合金制备的其他技术相比)。GBE系统可以使用合金的液态共晶相代替部分或全部的富Nd晶粒边界相,以增加最终烧结磁体主体的性质。

[0143]

	元素材料中的氧含量, 重量%	元素材料中的碳含量, 重量%	引入合金中的平均氧和碳, 重量%	合金中的元素含量, 重量%
Nd	0.08	低于检测限		13.44
Dy	0.03	低于检测限		61.500
Co	低于检测限	0.005		19.280
Cu	低于检测限	低于检测限		3.130
Fe	低于检测限	低于检测限		2.466
氧			0.06	0.17
碳			0.009	0.014
总计				100

[0144]

	元素材料中的氧含量, 重量%	元素材料中的碳含量, 重量%	引入合金中的平均氧和碳, 重量%	合金中的元素含量, 重量%
Pr	0.07	低于检测限		14.100
Tb	0.02	低于检测限		61.400
Co	低于检测限	0.004		19.500
Cu	低于检测限	低于检测限		3.100
Fe	低于检测限	低于检测限		1.770
氧			0.03	0.12
碳			0.006	0.01
总计				100

[0145] 在一些实施方式中, GBE系统可以使用电弧熔融过程(例如真空熔融或再熔融)来制备稀土过渡元素添加材料。例如, GBE系统例如使用感应或电弧熔融在铜坩锅中熔融合金的元素(例如上述元素)以产生熔融合金。真空下的GBE系统例如使用水冷来冷却铜坩锅, 以由熔融合金产生铸锭, 所述熔融合金自底部向上连续固结。GBE系统可以熔融元素以产生熔融合金, 并冷却熔融合金以产生铸锭。GBE系统可以例如在氩气氛中在1.8巴的绝对压力下熔融元素。GBE系统可以在大于 10^{-1} 巴的真空中冷却熔融合金。

[0146] 在一些实例中, GBE系统通过使用电弧熔融加热铸锭而在坩锅中再熔融铸锭, 以产

生再熔融的熔融合金。GBE系统冷却再熔融的熔融合金以产生再熔融铸锭,所述再熔融铸锭自底部向上连续固结。

[0147] 电弧熔融或再熔融过程可产生高性能合金、高纯度合金或者这两者,以用于制造具有特定性质(例如1.3T或更高的高Br、2000kA/m或更高的高矫顽磁性或者这两者)和改性的晶粒边界相的稀土烧结磁体。GBE系统可以使用熔融或再熔融过程来减少气体内容物(例如污染物)、减小宏观偏析和微观偏析、增加收率、增加性质的可再现性或者这些中的两种或更多种。例如,GBE系统可以因再熔融期间产生的有限的熔融金属合金池而增加性质的可再现性,该有限的熔融金属合金池允许GBE系统控制铸锭固结速率(例如熔融金属合金的偏析和化学组成)。

[0148] 在一些实例中,GBE系统可以在氧化铝坩埚中使用RF熔融铸锭形成Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体并自然(例如在室温下、无冷却源或者这两者)冷却熔融铸锭。GBE系统可以熔融铸锭多次(例如两次),以确保熔融铸锭中元素的均匀元素分布。GBE系统可以使用感应耦合等离子体(ICP)验证最终前体中的元素分布。Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体的密度可以是8.21g/cm³。GBE系统可以使用阿基米德原理验证前体的密度。

[0149] 在一些实施方式中,GBE系统可以在自由下落的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%熔体流上使用具有高速气体喷射的喷雾雾化设备,以由稀土过渡元素添加材料形成前体。例如,高速气体喷射可以是惰性气体(例如Ar、Ne、He、H或者这些中的两种或更多种的组合)、具有500m/s的速度或者这两者。高速气体喷射可以将自由下落的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%熔体流碎裂成小滴,各小滴具有约2重量%的稀土材料损失和至多0.04重量%的氧浓度。

[0150] 高速气体喷射形成、推动并冷却小滴,并且可以产生具有近乎球形的亚微米和微米粒度的小滴。这可以产生具有大的表面积/体积比的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%颗粒,例如GBE系统可以使用该颗粒,以使用Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体和Nd₂Fe₁₄B粉末或Nd₂(FeCo)₁₄B粉末产生复合粉末。

[0151] Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%的适宜粉末尺寸的制备过程不仅限于喷雾雾化,而是还可以通过喷雾压力雾化、双流体雾化、旋转雾化、起泡沫雾化、静电雾化、超声波和汽笛雾化实现。

[0152] 图10显示了喷雾雾化设备1000的实例,该喷雾雾化设备可以允许熔融Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体1002下落穿过喷雾雾化设备的底部孔1004。例如,熔融前体1002可以由于重力而穿过孔1004下落至自由下落的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%熔体流上的高速气体喷射(例如0.18-0.58MPa)中。高速惰性气体喷射1006将一定体积的熔融Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体1002快速碎裂成大量小滴。小滴可以具有至多0.04重量%的氧浓度,约2重量%的稀土材料损失和140-280微米的粉末尺寸。所测得的前体Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%粉末的密度可以是8.08g/cm³。在一些实例中,小滴密度在理论值的95-98%范围内变化(例如对于单相Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%小滴,其密度为8.375g/cm³)。

[0153] GBE系统可以随后将雾化粉末或熔融小滴与Nd₂Fe₁₄B烧结块一起放入氢混合反应器中以产生复合混合物。可以抽空氢混合反应器,并且随后将氢气引入具有前体和Nd₂Fe₁₄B

烧结块的加工室达12小时。氢被Nd-Fe-B烧结块磁体主体、Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体(例如粉末或小滴)或者上述两者吸收,从而引起相应材料膨胀,并引起相应材料破裂成粉末(例如粗粉)。氢混合反应器加工可以使得Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体释放在雾化过程期间累积的捕获气体。在一些实例中,氢混合反应器可以在约2巴的绝对压力下加工前体和Nd₂Fe₁₄B烧结块,其中将氢恒定供给至加工室中直至完成该过程(例如直至不存在检测到的压力变化)。GBE系统可以随后将粉末原位加热至580°C以使得复合的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%/Nd-Fe-B混合物部分解吸,例如以使得氢从粉末颗粒的主体中释放。GBE系统可以随后将复合粉末转移至氩气氛转移盒中,例如以将复合粉末移送至GBE系统的另一部件。

[0154] 在一些实施方式中,GBE系统可以使用高能研磨、球磨研磨或喷射研磨进一步加工复合粉末(例如Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体和Nd-Fe-B或Nd-Fe-Co-B)。GBE系统可以加工复合粉末,直至粉末为均匀混合物且具有2-4.5μm的粉末尺寸。

[0155] 稀土过渡元素添加材料可以包括Nd、Pr、Dy、Co、Cu和Fe中的一种或多种元素。元素添加材料的组合的范围的一些实例包括:Nd:[6.1717,11.8917](原子%);Pr:[1.5495,4.821](原子%);Dy:[0.2132,5.3753](原子%);Co:[0,4.0948](原子%);Cu:[0.0545,0.2445](原子%);和Fe:[81.1749,85.867](原子%)。在一些实施方式中,稀土过渡元素添加材料中的稀土元素量的范围可以是[13.236,16.407](原子%)或[28.82,33.7](重量%)。在一些实例中,可以在稀土过渡元素添加材料的处加工期间将少量O、C或者这两者加入稀土过渡元素添加材料。稀土过渡元素添加材料的范围(以重量%计)可以是:Nd:[12.726,24.85](重量%);Pr:[3.1638,9.677](重量%);Dy:[0.506,12.49](重量%);Co:[0,3.4963](重量%);Cu:[0.0506,0.2248](重量%);和Fe:[63.6551,70.009](重量%)。

[0156] 在一些实例中,GBE系统通过任意适宜的方法用稀土过渡元素添加材料替代旧的富Nd晶粒边界相。例如,当富Nd晶粒边界相被氧化且在氢加工期间不与H₂反应时,GBE系统可以筛分Nd₂Fe₁₄B粉末以除去富Nd晶粒边界相。在一些实例中,GBE系统可以筛分Nd₂Fe₁₄B粉末以除去包含富Nd晶粒边界相颗粒的超细颗粒(例如具有小于1微米的纳米尺寸的颗粒)。在一些实施方式中,GBE系统可以分别碎裂Nd₂Fe₁₄B烧结磁体和稀土过渡元素添加材料,使得一些添加材料在筛分期间不被除去。

[0157] 可以使用如下方式选择稀土过渡元素添加材料:磁性材料组成的元素分析,和通过适于获得预定目标配方和磁性能的实验和外推法或任意其他适宜方法而确定的公式的数据库。例如,数据库可以包括历史数据,所述历史数据表明磁性材料和添加至磁性材料以获得所得烧结磁体产品的所需性质的稀土过渡元素添加材料的组成性质。

[0158] 在一些实例中,系统可以使用下述公式来确定烧结磁体产品(例如步骤918中产生的烧结磁体产品)中的元素总量。例如,当 $w = [81, 99.9]$ (原子%), $1-w = [0.1, 19]$ (原子%), p_1 为初始合金中的Nd量,且 a_1 为元素添加材料中的Nd量时,烧结磁体产品中的Nd的最终值 f_1 可以是 $f_1 = w * p_1 + (1-w) * a_1$ 。当 a_2 为元素添加材料中的Pr量时,烧结磁体产品中的Pr的最终值 f_2 可以是 $f_2 = (1-w) * a_2$ 。当 a_3 为元素添加材料中的Dy量时,烧结磁体产品中的Dy的最终值 f_3 可以是 $f_3 = (1-w) * a_3$ 。当 a_4 为元素添加材料中的Co量时,烧结磁体产品中的Co的最终值 f_4 可以是 $f_4 = (1-w) * a_4$ 。当 a_5 为元素添加材料中的Cu量时,烧结磁体产品中的Cu的最终值 f_5 可以是 $f_5 = (1-w) * a_5$ 。当 p_2 为初始合金中的Fe量且 a_6 为元素添加材料中的Fe

量时,烧结磁体产品中的Fe的最终值f6可以是 $f6=w*p2+(1-w)*a6$ 。当p4为初始合金(例如在合金加工后)中的O量,a7为元素添加材料中的O量,且E_0为在加工合金与元素添加材料的组合以产生烧结磁体产品的期间所添加的氧量时,烧结磁体产品中O的最终值f7可以是 $f7=w*p4+(1-w)*a7+E_0$ 。当p5为初始合金(例如在合金加工后)中的C量,a8为元素添加材料中的C量,且E_C为在加工合金与元素添加材料的组合以产生烧结磁体产品的期间所添加的碳量时,烧结磁体产品中C的最终值f8可以是 $f8=w*p5+(1-w)*a8+E_C$ 。当p3为初始合金中的B量时,烧结磁体产品中B的最终值f9可以是 $f9=w*p3$ 。

[0159] 在一些实例中,Nd的最终值f1可以处于[7.3635,11.1038](原子%)范围内。Pr的最终值f2可以处于[1.445,3.6323](原子%)范围内。Dy的最终值f3可以处于[0.199,4.0535](原子%)范围内。在一些实施方式中,稀土过渡元素添加材料中的稀土元素总量可以处于[12.66,15.03](原子%)范围内。Co的最终值f4可以处于[0,3.098](原子%)范围内。Cu的最终值f5可以处于[0.0508,0.1849](原子%)范围内。Fe的最终值f6可以处于[76.3928,80.0287](原子%)范围内。O的最终值f7可以处于[0.09,4.0](原子%)范围内。C的最终值f8可以处于[0.01,1.0](原子%)范围内。B的最终值f9可以处于[5.7493,6.4244](原子%)范围内。

[0160] 在一些实例中,Nd的最终值f1可以处于[16.125,24.575](重量%)范围内。Pr的最终值f2可以处于[3.125,7.75](重量%)范围内。Dy的最终值f3可以处于[0.5,10](重量%)范围内。在一些实施方式中,稀土过渡元素添加材料中的稀土元素总量可以处于[29,33](重量%)范围内。Co的最终值f4可以处于[0,2.8](重量%)范围内。Cu的最终值f5可以处于[0.05,2.8](重量%)范围内。Fe的最终值f6可以处于[64.6705,69.2205](重量%)范围内。O的最终值f7可以处于[0.01,0.9](重量%)范围内。C的最终值f8可以处于[0.01,0.5](重量%)范围内。B的最终值f9可以处于[0.95,1.05](重量%)范围内。

[0161] 在912处,该方法采用适宜的方式碎裂并均匀混合粉末。在一些实施方式中,这通过喷射研磨至约1至约4微米之间的目标粒度来完成。可以使用任意适宜的碎裂设备(如上文更加详细地描述的那些)使粉末碎裂、均质化或者这两者。在一些实施方式中,可以同时步骤910和912。在一些实施方式中,不是将稀土过渡元素添加材料的少部分添加至待氢化的批次,而是在912处单独氢化并混合稀土材料。在一些实例中,可以单独研磨稀土过渡元素添加物并在研磨磁性材料后(例如在912后)添加,在研磨期间优选使用高压(例如60巴)充分分割磁性材料以形成约1至约50微米之间范围内的粉末。

[0162] 在一些实施方式中,GBE系统可以例如在使用氢混合反应器后使用喷射研磨系统均质化,并形成具有2至4.5 μm 的所得粉末尺寸的复合粉末。

[0163] 在一些实施方式中,GBE系统将Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%粉末与Nd₂Fe₁₄B粉末均质化,以在块体Nd-Fe-B型主体(例如最终烧结磁体)内获得新的晶粒边界元素浓度的均匀分布。在一些实例中,GBE系统可以使用均质化和均匀分布以使得来自不同初始烧结磁体的最终烧结磁体更加均匀。

[0164] 在一些实例中,均质化可以减小晶粒尺寸,可以使用Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%粉末包围(例如围绕)原始Nd-Fe-B粉末(例如晶粒),或者上述两者。在一些实施方式中,均质化可以包括碾碎步骤,其中GBE系统通过对材料施加机械力(例如H₂)而将Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%的粗粉和初始Nd-Fe-B烧结磁体的粗粉研磨成由小颗

粒组成的细粉,所述小颗粒例如具有约 $0.5\mu\text{m}$ 至约 $5\mu\text{m}$ 之间的尺寸。对材料(例如 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%和Nd-Fe-B烧结磁体)施加机械力可由材料产生颗粒,并引起颗粒表面积的增加。在一些实例中,均质化可以引起 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%颗粒在 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 颗粒内的随机分布。在一些实例中,GBE系统可以使用机械混合装置使 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%粉末在 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 粉末内的分布均匀,该机械混合装置包括螺旋混合器、V-掺和器或双壳V-掺和器、喷射研磨、球磨、高能研磨或机械化学装置(如氢混合反应器)。

[0165] 在914处,该方法从粉碎材料中筛分出较大颗粒(例如约1mm)。例如,GBE系统通过从细粉中筛分出较大颗粒(例如约500微米至约2mm之间的颗粒)来加工粉末的氧化部分。由于氧化物相对于回收的稀土磁体材料的主要部分的硬度阻止了氧化颗粒碎裂成更小的部分,该程序有效用于除去氧化部分。例如,氢化、研磨、喷射研磨、压碎或另一适宜方法可能比较不适于破坏氧化物,从而留下尺寸分布较大的氧化物,并且可能通过筛分来消除或减小氧化物在细粉中的比例。

[0166] 在916处,该方法通过填充压机并在压机中建立磁场,从而压制并对准细粉以形成生坯,并且在918处,该方法烧结并热处理生坯以形成最终的烧结磁体产品。例如,GBE系统产生生坯,所述生坯在最初产生于铸造合金薄片中的2:14:1相晶粒之间的晶粒边界中具有稀土过渡元素添加材料。稀土过渡元素添加材料在2:14:1相晶粒之间均匀分布。最终烧结磁体产品可以是高密度(例如从 7.5 至 $7.6\text{g}/\text{cm}^3$)的复合物。

[0167] 稀土过渡元素添加材料可以形成新的晶粒边界相,所述新的晶粒边界相例如基本上为 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%。在一些实施方式中,新的晶粒边界相基本上替代此前包含在初始烧结磁体中的初始晶粒边界相。例如, $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%晶粒边界相基本上替代旧的富Nd晶粒边界相。新的晶粒边界相可以具有随体积分数增加而增加的晶粒边界内聚力,并且充当反向成核侧在最终烧结磁体产品内形成和生长的成核位点。在一些实例中,新的晶粒边界相可以抑制最终烧结磁体各晶粒上表面缺陷的概率。

[0168] 在一些实施方式中,GBE法可以在从合金除去富Nd相之前使用粉末掺和和氢混合反应器制备 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 合金与 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%的复合混合物。GBE法可以例如使用 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子%作为稀土过渡元素添加材料而产生具有新的晶粒边界相的最终烧结磁体,当新的晶粒边界相的体积分数从10体积%增加至90体积%时,所述最终烧结磁体显示出密度改良。在一些实例中,通过使烧结过程更有效,为最终烧结磁体提供更好的机械性质,或者上述两者,稀土过渡元素添加材料可以充当烧结助剂(例如在晶粒边界相的10至30体积%和50至90体积%范围内)。在一些实例中,当GBE系统使用GBE法将新的晶粒边界相加入最终烧结磁体时,最终烧结磁体具有改良的耐蚀性。

[0169] 例如,图11显示了对GBE最终磁体与其他Nd-Fe-B磁体(例如废物烧结Nd-Fe-B磁体)的耐蚀性进行比较的图。例如,图11显示了下述烧结磁体的表面积的重量损失(以毫克/ cm^2 计):(a)具有1原子%的Nd/Pr添加物的最终GBE Nd-Dy-Fe-Co_{0.78}-B磁体,(b)Nd-Dy-Fe-Co_{0.9}-B磁体,(c)Nd-Dy-Fe-Co_{0.7}-B磁体,(d)Nd-Dy-Fe-Co_{0.5}-B磁体,以及(f)Nd-Fe-B传统磁体。根据磁体的Co浓度,经过20天的暴露时间,在类似于IEC 68-2-66的水蒸气中于 130°C 和2.7巴下使用高加速应力测试对磁体进行测试。

[0170] GBE系统将新鲜添加材料加入废弃Nd-Fe-B粉末中,以产生具有恢复的磁性能、微

结构和密度的 GBE 最终磁体。新鲜添加材料可以是例如 Nd 和 Pr 或 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子% 或具有两种附加材料的 Nd 或具有两种附加材料的 Pr。附加材料可以选自 Fe、Co、Cu、Dy、Nd 或 Pr。GBE 最终磁体与其他测试磁体相比具有改良的耐蚀性。在该实例中,在包括 10 体积% 的新改性的 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子% 晶粒边界相以替换旧的富 Nd 晶粒边界相时,耐蚀性开始增加。

[0171] 在一些实施方式中,初始烧结磁体(例如废弃 Nd-Fe-B 烧结磁体或新的烧结磁体)的起始组成可以包括 5.585 重量% 的 Pr、23.615 重量% 的 Nd、0.4 重量% 的 Dy、0.79 重量% 的 Co、0.1 重量% 的 Cu、0.98 重量% 的 B、0.0704 重量% 的 C、0.059 重量% 的 O 和 68.4006 重量% 的 Fe。最终烧结磁体的最终组成可以包括 5.22 重量% 的 Pr、22.88 重量% 的 Nd、0.93 重量% 的 Dy、1 重量% 的 Co、0.12 重量% 的 Cu、1 重量% 的 B、0.13 重量% 的 C、0.12 重量% 的 O 和 68.6 重量% 的 Fe。

[0172] 在一些实施方式中,GBE 系统可以设计适宜的晶粒边界工程方法。例如,GBE 系统可以使用关于无序或有序晶粒边界的平衡程度的总体趋势信息,通过晶粒边界分离工程来减小整体晶粒尺寸,从而导致晶粒边界能量和晶粒边界移动的减少。在一些实例中,GBE 系统可能需要对晶粒内部之间的新的晶粒边界 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子% 和相邻 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒边界或上述两者的体积分数的总体添加物的偏析或定量进行晶体学和元素分析,作为可能的晶粒边界偏析的初始信息和晶粒生长抑制的微结构信息。在一些实施方式中,晶粒边界工程使得 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ 原子% 前体粉末在整个最终磁体主体(例如在整个晶粒边界)中均匀分布。

[0173] 在一些实施方式中,GBE 系统可以使用方法 900,方法 900 中的一些步骤或者另一适宜方法以改性另一类型磁体的晶粒边界。例如,GBE 系统可以改性 $\text{Nd}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$ 烧结磁体或 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 烧结磁体的晶粒边界。在一些实例中,当改性 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 烧结磁体的晶粒边界时,GBE 系统可以加入 Sm、Co、Zr、Fe 或 Cu 中的一种或多种的组合。

[0174] 实施例 2

[0175] 使用 GBE 技术产生的磁体具有改良的温度性能。例如,使用 GBE 技术产生的磁体具有改良的热稳定性和改良的磁性质。再循环磁体(诸如例如来自寿命结束产品的 Nd-Fe-B 再循环体)与经加工以产生再循环 Nd-Fe-B 磁体的输入材料(例如纯料)相比可以具有改良的热稳定性。由输入的初生或大部分初生 Nd-Fe-B 磁性材料制成且用 GBE 技术加工的磁体与由其他方法制得的磁体相比可以具有改良的热稳定性。

[0176] 表 5 显示了两个起始磁体(起始磁体 1 和起始磁体 2),以及由该起始磁体制成的两个最终磁体(最终磁体 1 和最终磁体 3)的 ICP 组成。最终磁体 1 包含使用 GBE 技术添加的 0.5 原子% 的添加材料添加,最终磁体 2 和 3 分别包含使用 GBE 技术添加的 2 原子% 和 3 原子% 的添加材料添加。

[0177] 将起始磁体 1 用作具有 2 原子% 添加物的最终磁体 2 和具有 3 原子% 添加物的最终磁体 3 的起始磁性材料。将起始磁体 2 用作最终磁体 1 的起始磁性材料。起始磁体 1 和 2 由初生磁性材料(即,其不是再循环磁体)制成。

[0178]

	起始磁体 1	起始磁体 2	最终磁体 1	最终磁体 3
Pr	5.75	7.14	5.64	6.43
Nd	23.91	21.07	22.5	21.63
Dy	0.31	0.4	0.95	3.42
Fe	67.85	69.10	68.2	64.75
Ga	0.11	0.11	0.1	0.1
Zr	0.1	0.12	0.09	0.11
Al	0	0.25	0.1	0.28
Co	0.73	0.55	1	1.74
Cu	0.12	0.16	0.13	0.32
B	0.98	0.96	1.05	0.97
C	0.074	0.069	0.12	0.12
O	0.069	0.067	0.12	0.13
密度(g/cm ³)	7.55	7.55	7.55	7.55

[0179] 使用磁导计进行测试以确定起始磁体和最终磁体的热稳定性(即20至200℃)。每个磁体均具有圆柱体形状和 $0.9\text{cm}/1\text{cm}=0.9$ 的长径比L/D,例如每个磁体的长径比L/D是相同的。通过将每个磁体置于磁导计中并在室温下测量各磁体的剩磁和矫顽磁性来进行测试。测试通过如下方式继续:增加温度,并在各阶段保持温度十五分钟,随后再次测量各磁体的剩磁和矫顽磁性。

[0180] 起始磁体1和起始磁体2在略高于80℃处具有退磁曲线拐点,例如剩磁急剧下降至零的点。最终磁体1在120℃处具有退磁曲线拐点。最终磁体3在高于200℃处具有退磁曲线拐点。这些结果表明最终磁体1和最终磁体3两者均比起始磁体1和起始磁体2两者具有更高的热稳定性,并且最终磁体3是经检测的四个磁体中热稳定性最高的。

[0181] 相对于温度绘制的可逆损失系数 α 和 β 表示当在特定温度下操作磁体时剩磁和矫顽磁性的可逆损失。例如,下表6汇总了起始磁体1和最终磁体3的温度范围和可逆损失 α 和矫顽磁性可逆损失 β 。

[0182]

剩磁可逆 损失 α	80 °C 下 的 α	120 °C 下 的 α	140 °C 下 的 α	160 °C 下 的 α	180 °C 下 的 α	200 °C 下 的 α
起始磁体 1	-0.12	-0.12	-0.13	-0.141	-0.14	-0.14
最终磁体 3	-0.019	-0.062	-0.06	-0.09	-0.09	-0.11
矫顽磁性 可逆损失 β	80 °C 下 的 β	120 °C 下 的 β	140 °C 下 的 β	160 °C 下 的 β	180 °C 下 的 β	200 °C 下 的 β
起始磁体 1	-0.82	-0.68	-0.62	-0.57	-0.53	-0.50
最终磁体 3	-0.60	-0.56	-0.53	-0.51	-0.49	-0.47

[0183] 将如下温度定义为 $T_{5\%}$:在保持在该温度下时,磁体的磁通量 Φ 减少不超过5%,并在冷却期间保持可逆。为确定磁体的该温度,将磁体保持在20至200°C范围内的不同温度下达2小时后,获取磁体的通量读数。当测试最终磁体2和最终磁体3时,这两个磁体均具有200°C的最高温度 $T_{5\%}$,在该温度下磁通量减少不超过5%。

[0184] 图12A-B显示了起始磁体和最终磁体的剩磁可逆损失 α 。例如,图12A显示了起始磁体1、最终磁体2和最终磁体3的剩磁可逆损失 α 。例如,与起始磁体1相比,最终磁体3在各温度范围下均具有更好的 α ,其中改良从在80°C下的84%至在200°C下的25%。与起始磁体1相比,最终磁体2在各温度范围下均具有改良的 α 。图12B显示了起始磁体2和最终磁体1的剩磁可逆损失 α 。与起始磁体2相比,最终磁体1在各温度范围下均具有更好的 α 。

[0185] 图13A-B显示了起始磁体和最终磁体的矫顽磁性可逆损失 β 。最终磁体1随着温度的增加具有减小的 β 。例如,随着温度增加,矫顽磁性损失饱和。

[0186] 例如,图13A显示了起始磁体1、最终磁体2和最终磁体3的矫顽磁性可逆损失 β 。图13B显示了起始磁体2和最终磁体1的矫顽磁性可逆损失 β 。当与起始磁体相比时,再循环最终磁体2和3在各温度下显示出改良的 β 值。例如,起始磁体1相比,最终磁体3与在各温度范围下均具有更好的 β ,其中改良范围从80°C下的26%至200°C下的6%。

[0187] 最终磁体1、最终磁体2和最终磁体3具有矫顽磁力(iHc)值上的整体改良。例如,当与各起始磁体相比时,在整个温度范围内最终磁体1、2和3的平均矫顽磁力(iHc)改良分别为16%、70%和128%。

[0188] 表7显示了由纯料和再循环Nd-Fe-B磁体制成的Nd-Fe-B磁体的可逆系数 α 和 β 。与由纯料制备的磁体相比,再循环磁体具有改良的 α 和 β 。特别地,再循环磁体在80°C下具有剩磁可逆损失 α ,该 α 比由纯料制成的磁体好10倍。在140°C下,再循环磁体具有剩磁可逆损失 α ,该 α 是由纯料制成的磁体的剩磁可逆损失 α 的两倍那样好。

表 7 : 对由纯料和再循环磁体制成的磁体中的 α 和 β 的比较

[0189]

	Br % / °C $\alpha_{80-\alpha_{200}}$	iHc % / °C $\beta_{80-\beta_{200}}$
起始磁体	-0.10 至 -0.13	-0.55 至 -0.65
再循环磁体	-0.02 至 -0.11	-0.47 至 0.60

[0190] 在一些实施方式中,使用GBE法将越多元素添加物添加至磁性材料,则所得最终产品与起始磁性材料相比就具有越高的热稳定性。在一些实例中,GBE法可以产生与起始材料或使用不同方法产生的磁性材料相比改良的温度稳定性和矫顽磁性。

[0191] 实施例3

[0192] 在一些实例中,可以使用GBE技术处理废弃磁体。例如,GBE系统可以产生磁体(例如使用步骤902至908),其中包括产生废弃磁体。在一些实例中,可以使用另一方法产生废弃磁体或者可以通过GBE系统从另一系统接收废弃磁体。

[0193] GBE系统使用上述步骤910至918加工废弃磁体。在一些实施方式中,废弃磁体和再循环磁体可以具有与下表8所述的那些类似的性质。如上文所述,对于各不同废弃磁体,可以调节包含于添加材料中的元素的量和类型,以获得具有相同性质的最终磁体。在一些实例中,将1原子%的Nd/Pr加入由各废弃磁体形成的颗粒。

[0194]

表 8 : 磁体的 ICP (原子%)

	废弃磁体 1	废弃磁体 2	废弃磁体 3	废弃磁体 4	最终磁体
Nd	10.95	10.94	10.55	8.34	10.95
Pr	3.08	3.08	2.7	2.14	2.8
Dy	0	0.41	0.2	3.62	1.07
Tb	0	0	0	0	0.01
Fe	78.11	74.65	77.91	76.24	75.79
B	5.77	5.64	5.97	6.05	5.91
Co	0.52	3.36	1.05	1	1.5
Al	0.72	0.36	0.29	1.45	0.71
Cu	0.01	0.14	0.1	0.1	0.09
Ga	0	0.21	0.09	0.09	0.1
O	0.41	0.83	0.6	0.43	0.58
C	0.43	0.38	0.54	0.54	0.49

[0195] 最终磁体的剩磁(Br)可以是1.25T。最终磁体的矫顽磁性(iHc)可以是1710kA/m。最终磁体的能量乘积(BHmax)可以是303kJ/m³。最终磁体产品可以具有7.55g/cm³的密度。

[0196] 图14显示了实施例2中所描述的最终磁体的示例性性质的图,该最终磁体例如由

具有1原子%Nd/Pr混合添加物的混合级废弃磁体制成。例如,最终磁体可以包含替代了旧的富Nd晶粒边界相的Nd/Pr晶粒边界相。

[0197] 图15显示了例如使用GBE法加工的废弃烧结磁体和再循环磁体的磁性性质的一些实例。例如,从消费品收集多个废弃烧结磁体,其中废弃烧结磁体具有不同元素组成,例如对于废弃烧结磁体的ICP分析参见表8。

[0198] 在该实例中,通过磁体(例如废弃烧结磁体和再循环磁体两者)中各晶粒的表面缺陷处的所谓的反向晶畴的成核来控制矫顽磁性。GBE系统可以通过加入新的晶粒边界相(例如使用Nd/Pr添加材料,该材料在加工后围绕Nd-Fe-B相晶粒)来抑制这些缺陷的形成,并且可以使表面缺陷(例如裂纹、凸起、凹坑等)的发生最小化。

[0199] 在一些实施方式中,GBE系统可以产生再循环磁体以具有与废弃烧结磁体相比相同或更高的矫顽磁性(如图15中所示)。在一些实例中,GBE之前的起始磁体的矫顽磁性为约1400kA/m,使用GBE加工的磁体的矫顽磁性为1700kA/m。例如,当形成再循环磁体时,下述GBE过程可以回收或改良废弃磁体的矫顽磁性:a)由Nd/Pr添加材料和Nd-Fe-B废弃磁体制备复合粉末,b)调整加工参数(例如喷射研磨、烧结参数和退火),或者c)上述两者。与废弃烧结磁体相比,GBE系统可以通过如下方式改良再循环磁体的性能:在新的Nd/Pr晶粒边界区域形成Nd₂Fe₁₄B基质相晶粒的更均匀的包封时阻碍反向晶畴成核位点的形成。在一些实例中,由于晶粒边界内聚力随着新的Nd/Pr晶粒边界相体积分数的增加而增加,GBE系统可以用新的Nd/Pr晶粒边界相来“清除”“旧的”富Nd相晶粒边界,该“旧的”富Nd相晶粒边界可能充当反向晶畴在Nd-Fe-B型烧结磁体内形成和生长的成核位点。

[0200] 实施例4

[0201] 在一些实施方式中,当GBE系统使用喷雾雾化设备时,GBE系统可以最初使用单相Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%粉末,该粉末具有8.375g/cm³的测定密度,并且其与理论值偏差约95至98%。喷雾雾化设备可以产生具有8.08g/cm³密度的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体。GBE系统可以随后将Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体(例如雾化粉末)与Nd₂Fe₁₄B烧结块转移至氢混合反应器,以由前体和烧结块生产复合粉末。

[0202] 例如,在将Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体和烧结块置于氢混合反应器中后,抽空氢混合反应器并且随后可以引入氢达十二小时。氢被Nd₂Fe₁₄B烧结块和Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体粉末吸收,使得烧结块膨胀并破裂成粗粉,并且Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%前体粉末进一步破裂,并释放雾化过程期间累积的捕获气体。氢混合过程可以在约2巴的绝对压力下发生,其中将氢恒定供入氢混合室中直至完成混合过程。GBE系统可以随后在氢混合室中将粉末加热(例如原位)至550°C以使得复合混合物部分解吸,例如导致氢从粉末颗粒的主体释放。

[0203] 实施例5

[0204] 在一些实施方式中,与其他磁体(例如其他再循环磁体)相比,使用GBE法生产的最终磁体产品可以具有改良的温度稳定性。例如,GBE系统可以例如使用氢混合过程而由Nd-Fe-B材料产生粉末,并将粉末与Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%混合以用新的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%晶粒边界相代替旧的富Nd晶粒边界相。粉末与Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原子%的混合可以使新的Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}原

子%晶粒边界相在整个Nd-Fe-B粉末中均匀化,同时例如通过筛分、鼓风、振动、形状分离、密度梯度分离、双圆柱重力分离或者这些中两种或更多种的组合除去旧的富Nd晶粒边界相。

[0205] GBE系统可以获得复合原料粉末,并在磁场中(例如在磁场定向下的惰性气氛中)定向复合原料粉末。尽管复合原料粉末在磁场中定向,但是GBE系统可以压缩模制粉末并充入磁场以获得模制复合主体。GBE系统可以烧结模制复合主体以获得最终烧结磁体产品。

[0206] 图16显示了未使用GBE法加工的磁体的退磁曲线的实例。图17显示了已使用GBE法加工的磁体的退磁曲线的实例,该磁体例如具有改良的温度稳定性,如由图17中的与图16相比更好的矩形因数所示。例如,在25℃时,如图16所示,起始材料的矫顽磁性为1000与1100kA/m之间,如图17所示,最终磁体的矫顽磁性为1800与1900kA/m之间。与性质如图17所示的磁体相比,性质如图16所示的磁体的内容物的变化(例如由0.4重量%Dy至3.4重量%Dy)是源于稀土元素添加材料。在一些实例中,与起始磁体或起始磁性材料相比,使用GBE法加工的磁体中的Cu、Nd、Co或这些中两种或更多种的含量可以更高。

[0207] 实施例6

[0208] 在一些实施方式中,当系统对废料进行晶粒边界工程时,废料可以在晶粒边界、Nd₂Fe₁₄B₁基质相或者上述两者中含有较高量的Dy。较高量的Dy可以导致由废料制成的最终磁性产品的更低的磁性性能。为了增加由废料制成的最终磁性产品中的剩磁(Br),系统可以通过用Fe代替Dy而从废料中除去Dy,例如系统可以通过将Fe泵入废料而将Dy从废料中推出。系统可以使用与废料混合的添加材料中的Fe来从废料中除去Dy(例如在混合工艺期间)。

[0209] 系统可以将不包含任何Dy的添加材料与废料混合。添加材料可以包含较高量的Fe、Nd、Co或者这些中的两种或更多种,如下表9中所示。例如,系统可以将Fe加入废料、从废料除去Dy或者上述两者,以尽可能变得接近于Nd₂Fe₁₄B₁相,从而确保最终磁性产品的较高的磁性性能。例如,系统可以将Fe加入废料、从废料除去Dy或者上述两者,以增加剩磁(Br)和减少矫顽磁性(iHc)。

[0210] 表9显示了两种起始废料s₁和s₂、添加材料a以及由两种起始废料和添加材料制成的最终磁性产品f的量(以重量百分比计)。例如,在下表9中,s₁(e)表示第一起始废料s₁中的元素e的量(以重量百分比计),s₂(e)表示第二起始废料s₂中的元素e的量(以重量百分比计)。在下表9中,由a(e)表示添加材料a中的元素e的量(以重量百分比计),由f(e)表示最终磁性产品f中的元素e的量(以重量百分比计)。

[0211] 为了清楚起见,表9省略了一些微量元素。表9中的量具有+/-0.01至0.08重量%的误差(由于ICP读数所致)。

[0212]

	Nd	Pr	Dy	B	Co	Al	Cu	Ga	O	C	Fe	All
$s_1(e)$	18.08	4.52	6.50	1.02	2.94	0.12	0.18	0.21	0.20	0.10	66.13	100
$s_2(e)$	17.55	5.85	4.20	0.96	0.19	0.40	0.15		0.10	0.07	70.53	100
$a(e)$	15.20				1.50						83.30	100
$f(e)$	17.29	4.15	4.28	1.00	1.55	0.21	0.13	0.08	0.18	0.10	71.02	100

[0213] 在表9所示的实例中,系统根据40重量% s_1 +40重量% s_2 +20重量% a 混合最终磁性产品,例如使得最终磁性产品 f 中的各元素 e , $f(e) = 40\text{重量}\% * s_1(e) + 40\text{重量}\% * s_2(e) + 20\text{重量}\% * a(e)$ 。例如,系统混合40kg s_1 、40kg s_2 和20kg a 以产生100kg最终磁性产品 f 。

[0214] 表10显示了两种起始材料 s_1 和 s_2 以及最终磁性产品 f 的磁性质。例如,表10显示了与两种起始材料中的一者或两者相比,将40重量% s_1 与40重量% s_2 和20重量% a 混合以产生最终磁性产品 f 的系统可以改善最终磁性产品 f 的性能。例如,该系统可以增加剩磁(Br)、增加能量乘积(BH_{max})、减小平均矫顽磁性(iH_c)或者这些中的两种或更多种。

[0215]

	Br (T)	iH_c (kA)	BH_{max}
s_1	1.25	2345	300
s_2	1.30	1820	330
f	1.35 (计算值)	2013 (计算值)	360

[0216] 在一些实施方式中,GBE方法提供了将0.1至19重量%的一种或多种稀土元素添加物加入本申请所述的组成或方法。在另一个方面,方法提供了将约0.1重量%、约0.2重量%、约0.3重量%、约0.4重量%、约0.5重量%、约1重量%、约2重量%、约3重量%、约4重量%、约5重量%、约6重量%、约7重量%、约8重量%、约9重量%、约10重量%、约11重量%、约12重量%、约13重量%、约14重量%、约15重量%、约16重量%、约17重量%、约18重量%或约19重量%的一种或多种元素添加物或者一种或多种元素添加物的组合加入本申请所述的组成或方法。在又一个方面,方法提供了将约0.1-0.5重量%、约0.1-1重量%、约0.5-1重量%、约1-2重量%、约1-3重量%、约1-5重量%、约1-8重量%、约1-12重量%、约1-15重量%、约1-19重量%、约2-4重量%、约2-6重量%、约2-12重量%、约2-19重量%、约3-5重量%、约3-8重量%、约3-15重量%和约3-19重量%的一种或多种元素添加物或者一种或多种元素添加物的组合加入本申请所述的组成或方法。

[0217] 在一些实施方式中,可以在氢气氛下在1至60巴压力和20-150°C下进行初始烧结磁体块和任选的添加材料的氢混合过程。初始烧结磁体块可以使用任意适宜的方法产生或可以从供应商处购买,举例而言。此后,可以将由氢混合过程产生的粉末加热(优选原位加热)至550-600°C以使混合物部分脱气。由混合步骤产生的粉末中的平均粒度可以在1 μ m至2000mm范围内。如果使用50巴的压力,则平均粒度可以对应于在原始磁性材料和由于氧化

而未与氢反应的500 μm 至2000 μm 范围内的颗粒中存在的例如2-8 μm 的晶粒尺寸。可以对粉末进行筛分以除去氧化的粗稀土粉末。

[0218] 在一些实施方式中,氢混合过程使用足够高的压力以确保颗粒对于最终磁体足够小并且可以省去喷射研磨操作。在该实例中,可能有利的是筛分以除去较大颗粒,从而除去具有更高氧浓度的颗粒。筛分可能是有效的,因为氧化物构成来自磁体的回收材料的较硬部分,并且抵抗减小到更小的粒度。

[0219] 可以将进一步混合和均质化的磁性粉末混合物转移至辊式研磨机中以便进一步均质化该混合物。可以在辊式研磨期间例如使用1%的硬脂酸锌润滑经研磨的材料。在辊式研磨步骤之后,可以对磁性粉末进行筛分以进一步除去任何剩余的稀土氧化物。在一些实施方式中,筛分可以是选择性的,以除去大于500 μm 的颗粒。

[0220] 用于辊式研磨的润滑剂可以具有低的氧含量和/或含有粘合剂。润滑剂的实例包括酰胺(例如油酰胺或酰胺),或者其他低级碳氢化酯或脂肪酸(如油酸)。

[0221] 可以通过喷射研磨进一步均质化粉末。在一些实施方式中,可以使用空气或诸如He、Ar或N的惰性气体形成喷射。喷射研磨可以以一定速度进行一定时间(例如1-4小时),所述速度和时间便于均质化混合物并进一步破碎具有1至4 μm 之间尺寸的单一晶粒的聚集体。在一些实施方式中,可以在24小时或更短时间内完成喷射研磨。

[0222] 在一些实施方式中,与Nd-Fe-B元素添加物的喷射研磨相比,可以观察到Nd-Fe-B粉末的喷射研磨的时间减少80%。磁体的平均粒度可以在4至10 μm 之间的范围内。在喷射研磨期间,可以使聚集体破碎成单一晶粒,且同时氧化稀土粉末保持粗粒,例如具有更大粒度。通过除去氧化稀土粗粉,可以在最终磁体中减少,更优选地抑制掺入起始磁性材料中的氧量。可以优选地在惰性气氛(例如使用不含任何氧污染的Ar气)下进行该阶段,其目的在于均质化磁性粉末与(RE(TM)_x)元素添加物的新鲜添加材料的混合物,并沿着晶粒边界破碎分离的单一晶粒。RE(稀土)指任意Nd、Pr、Dy、Tb、Y、La或Sm的组合, TM(过渡元素添加材料)指任意Co、Ni、V、Nb、Mo、Ti、Zr、Al、Cu、Ga或Fe的组合。

[0223] 在完成颗粒减小、混合和筛分后,可以对准并压制粉末以便在空气或惰性气氛中形成生坯。在压制和对准之前,可以将润滑剂应用于粉末。可以在磁场中压制并对准生坯。然后,生坯可以直接进行在1050-1100 $^{\circ}\text{C}$ 范围内烧结达5小时的保持时间,随后在900 $^{\circ}\text{C}$ 下热处理5小时,并在550 $^{\circ}\text{C}$ 下热处理3小时。烧结温度的选择可以取决于在氢化/混合步骤之前所添加的稀土添加物的总量。

[0224] 在一些实施方式中,可以有利地使用氢混合以促进原始材料(例如来自烧结磁体)与新鲜元素添加物的均质化。该步骤之后可以是喷射研磨,所述喷射研磨可以用于在作为成本效益可承受的可扩展加工的过程中的与补充材料(例如稀土氧化物或Nd/Pr)的进一步均质化。其他实施方式可以包括研磨、辊式研磨、高能球磨、翻滚和其他混合步骤。

[0225] 在一些实施方式中,方法提供了将0.1至19重量%的一种或多种稀土元素添加物加入本申请所述的组成或方法。在另一个方面,方法提供了将约0.1重量%、约0.2重量%、约0.3重量%、约0.4重量%、约0.5重量%、约1重量%、约2重量%、约3重量%、约4重量%、约5重量%、约6重量%、约7重量%或约8重量%的一种或多种稀土元素添加物或者一种或多种稀土元素添加物的组合加入本申请所述的组成或方法。在又一个方面,方法提供了将约0.1-0.5重量%、约0.1-1重量%、约0.5-1重量%、约1-2重量%、约1-3重量%、约1-5重

量%、约1-8重量%、约2-4重量%、约2-6重量%、约3-5重量%或约3-8重量%的一种或多种稀土元素添加物或者一种或多种稀土元素添加物的组合加入本申请所述的组成或方法。

[0226] 前述和其他实施方式可以分别任选地包括单独或组合的一个或多个下述特征。该方法可以包括同时进行碎裂和混合。碎裂可以包括使材料碎裂成1至4 μm 之间的平均粒度。碎裂可以包括除去颗粒粒级大于颗粒的平均尺寸的颗粒以获得较低的氧浓度。除去颗粒粒级大于颗粒的平均尺寸的颗粒以获得较低的氧浓度可以包括筛分。

[0227] 在一些实施方式中,方法包括将均质粉末与选自稀土材料R或元素添加物A的另一元素混合。碎裂可以包括碎裂以形成具有约1微米至约2毫米之间平均粒度的粉末。方法可以包括使粉末进一步碎裂成约1至约4微米之间的平均粒度,并均质化该粉末。均质化粉末可以包括均质化可以包括约1微米至约2毫米之间平均粒度的粉末,将粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末可以包括将具有约1至约4微米之间平均粒度的粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末。将粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末可以包括将具有约1微米至约2毫米之间平均粒度的粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末,均质化粉末可以包括均质化可以包括约1至约4微米之间平均粒度的粉末。

[0228] 在一些实施方式中,方法包括使稀土材料R与元素添加物A分别碎裂以形成粉末,其中将粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末可以包括将粉末与a) 经碎裂的稀土材料R和b) 经碎裂的元素添加物A混合以产生均质粉末。

[0229] 在一些实施方式中,方法可以包括烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品。烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品可以包括压实均质粉末以形成生坯,在约1000 $^{\circ}\text{C}$ 至约1100 $^{\circ}\text{C}$ 之间烧结生坯,并且在15 $^{\circ}\text{C}$ 以下的惰性气氛中磁化经烧结的生坯以形成Nd-Fe-B磁性产品。方法可以包括在磁化经烧结的生坯之前在约490 $^{\circ}\text{C}$ 至约950 $^{\circ}\text{C}$ 之间热处理经烧结的生坯。方法可以包括使生坯暴露于15 $^{\circ}\text{C}$ 以下的惰性磁场。Nd-Fe-B磁性产品中的Co的原子百分比可以小于或等于3%。Nd-Fe-B磁性产品中的Cu的原子百分比可以小于或等于0.3%。Nd-Fe-B磁性产品中的Fe和Co的组合原子百分比可以小于或等于77%。Nd-Fe-B磁性产品中的Nd、Dy和Pr的组合原子百分比可以小于或等于18原子%。方法可以包括在压实均质粉末以形成生坯之前将润滑剂加入粉末。Nd-Fe-B磁性产品的矫顽磁性可以高出约0至约20%之间。

[0230] 在一些实施方式中,方法可以包括烧结和磁化粉末以形成具有最终矫顽磁性的Nd-Fe-B磁性产品,其中最终矫顽磁性增加至少30%。该方法可以包括烧结和磁化粉末以形成具有最终矫顽磁性的Nd-Fe-B磁性产品,其中最终矫顽磁性增加至少80%。

[0231] 在一些实施方式中,方法可以包括烧结和磁化均质粉末以形成具有基本上为 $\text{W}_a\text{R}_b\text{A}_c$ 的组成的Nd-Fe-B磁性产品,其中W可以包括Nd-Fe-B材料,且下标a、b和c表示相应组成或元素的原子百分比。将粉末与a) 稀土材料R和b) 元素添加物A混合以产生均质粉末可以包括使稀土材料R和元素添加物A均匀分布,并且烧结和磁化均质粉末以形成Nd-Fe-B磁性产品可以包括用一定浓度的稀土材料R和一定浓度的元素添加物A形成Nd-Fe-B磁性产品,所述浓度围绕Nd-Fe-B磁性产品内的主要 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相平均地增加。形成Nd-Fe-B磁性产品可以包括在整个Nd-Fe-B磁性产品中延伸的多个晶粒边界区域处平均地恢复、改性和改良晶粒边界相的浓度和元素组成。

[0232] 在一些实施方式中,混合粉末可以包括将粉末与下述中的至少三种元素混合:Pr、Nd、Dy、Co、Cu或Fe。元素添加物A可以包括纯Nd。元素添加物A可以包括纯Pr。方法可以包括在碎裂之前将润滑剂加入粉末。

[0233] 前述和其他实施方式可以分别任选地包括单独或组合的一个或多个下述特征。Nd-Fe-B烧结磁体可以显示出大于约27%、大于约60%或者大于约83%的*i*Hc增加,以及小于约0.1%、小于约3%和小于约6%的相应的Br减少。稀土材料R和元素添加物A可以均匀分布在整个Nd-Fe-B烧结磁体中,使得稀土材料R的浓度和元素添加物A的浓度在围绕Nd-Fe-B磁体内的主要Nd₂Fe₁₄B相的材料W的混合物中平均地增加。稀土材料R和元素添加物A的组合的原子百分比可以包括约0.1原子%至约19原子%之间。Nd-Fe-B烧结磁体可以包括小于5微米的平均晶粒尺寸。Nd-Fe-B烧结磁体可以包括小于2.5微米的平均晶粒尺寸。Nd-Fe-B烧结磁体可以包括约7.56g/cm³至约7.6g/cm³之间的密度。

[0234] 在一些实施方式中,Nd-Fe-B烧结磁体可以包括小于或等于3%的Co的原子百分比。Nd-Fe-B烧结磁体可以包括小于或等于0.3%的Cu的原子百分比。Nd-Fe-B烧结磁体可以包括小于或等于77%的Fe和Co的组合原子百分比。Nd-Fe-B烧结磁体可以包括小于或等于18%的Nd、Dy和Pr的组合原子百分比。元素添加物A可以包括纯Nd。元素添加物A可以包括纯Pr。

[0235] 可以在包括本说明书所公开的结构及其结构等效物的数字电子电路中、有形实现的计算机软件或固件中、计算机硬件中或者其中的两者或更多者的组合中实施本说明书所述的主题和功能操作的实施方式。本说明书中所述的主题的实施方式可以作为一个或多个计算机程序(即由数据处理设备执行的在有形非暂时性程序载体上编码的计算机程序指令的一个或多个模块,或者执行上述一个或多个模块以控制数据处理设备)实施。或者或此外,可以在人工产生的传播信号(例如机器产生的电学、光学或电磁信号)上编码程序指令,产生该信号以编码信息,从而传输至适宜的接收设备以供数据处理设备执行。计算机存储介质可以是机器可读取存储装置、机器可读取存储基板、随机或串行存取存储器装置或者它们的一种或多种的组合。

[0236] 术语“数据处理设备”指数据处理硬件,且包括用于处理数据的所有种类的设备、装置和机器,包括例如可编程处理器、计算机或者多个处理器或计算机。设备还可以是或进一步包括专用逻辑电路,例如FPGA(现场可编程门阵列)或ASIC(专用集成电路)。除了硬件以外,该设备可以任选地包括产生用于计算机程序执行环境的代码,例如构成处理器固件、协议栈、数据库管理系统、操作系统或它们的一个或多个的组合的代码。

[0237] 计算机程序(其还可以被称为或描述为程序、软件、软件应用、模块、软件模块、脚本或代码)可以以任意形式的编程语言(包括编译或解释语言,或者声明性或过程性语言)编写,并且其可以以任意形式(包括作为独立程序或作为适于在计算机环境中使用的模块、组件、子程序或其他单元)部署。计算机程序可以但并非必需对应于文件系统中的文件。程序可以储存在存放其他程序或数据(例如存储在标记语言文档中的一个或多个脚本)的文件的一部分中,在专用于所述程序的单个文件中,或者在多个协同文件(例如存储一个或多个模块、子程序或代码部分的文件)中。可以将计算机程序部署为在一台计算机上或者在位于一个地点或分布在多个地点并由通信网络互相连接的多个计算机上执行。

[0238] 本说明书中描述的方法和逻辑流程可以由一个或多个可编程的计算机执行,该可

编程的计算机执行一个或多个计算机程序以通过操作输入数据并产生输出来执行功能。该方法和逻辑流程还可以由专用逻辑电路(例如FPGA(现场可编程门阵列)或ASIC(专用集成电路))执行,并且设备也可以实施为上述专用逻辑电路。

[0239] 适于执行计算机程序的计算机包括例如通用或专用微处理器或者这两者,或任意其他类型的中央处理单元。通常,中央处理单元将从只读存储器或随机存取存储器或者这两者接收指令和数据。计算机的基本元件是用于进行或执行指令的中央处理单元以及用于存储指令和数据的一个或多个存储器设备。通常,计算机还将包括或可操作地耦联至用于存储数据的一个或多个大容量存储设备(例如磁盘、磁光盘或光盘)以从其接收数据或向其传输数据或上述两者。然而,计算机并非必需具有此类设备。而且,可以将计算机嵌入另一设备(例如移动电话、个人数字助理(PDA)、移动音频或视频播放器、游戏机、全球定位系统(GPS)接收器)或便携式存储装置(例如通用串行总线(USB)闪存驱动),举例而言。

[0240] 适于存储计算机程序指令和数据的计算机可读介质包括所有形式的非易失性存储器、介质和存储器设备,包括例如半导体存储器设备(例如EPROM、EEPROM和闪存存储器设备);磁盘(例如内部硬盘或可移动磁盘);磁光盘以及CD-ROM和DVD-ROM盘。处理器和存储器可以由专用逻辑电路补充或并入专用逻辑电路中。

[0241] 为了提供与用户的交互,可以在具有用于向用户显示信息的显示设备(例如CRT(阴极射线管)或LCD(液晶显示器)监视器)和具有键盘和指向设备(例如鼠标或跟踪球)(用户可以通过所述键盘和指向设备提供向计算机的输入)的计算机上实施本说明书所述的主题的实施方式。其他种类的设备也可以用于提供与用户的交互;例如,提供给用户的反馈可以是任何形式的感官反馈(例如视觉反馈、听觉反馈或触觉反馈);并且可以以任何形式接收来自用户的输入,包括声音、语言或触觉输入。此外,计算机可以通过向用户使用的设备发送文档和从用户使用的设备接收文档来与用户交互;例如通过响应从网络浏览器接收的请求而将网页发送到用户设备上的网络浏览器。

[0242] 可以在计算系统中实施本说明书所描述的主题的实施方式,该计算系统包括后端组件(例如作为数据服务器),或包括中间软件组件(例如应用服务器),或包括前端组件(例如具有图形用户界面或网络浏览器的客户端计算机,用户可以通过该图形用户界面或网络浏览器与本说明书所描述的主题实现交互),或者一个或多个此类后端、中间软件或前端组件的任意组合。可以通过任意形式或介质的数字数据通信(例如通信网络)将系统的组件互连。通信网络的实例包括局域网(LAN)和广域网(WAN),例如因特网。

[0243] 计算系统可以包括客户端和服务器。客户端和服务器通常彼此远离并且通常通过通信网络交互。客户端和服务器的关系借助于在各计算机上运行且彼此具有客户端-服务器关系的计算机程序建立。在一些实施方式中,服务器向用户设备传送数据(例如HTML页面),例如目的在于向与作为客户端的用户设备交互的用户显示数据和从所述用户接收用户输入。可以在服务器处从用户设备接收在用户设备处生成的数据,例如用户交互的结果。

[0244] 图18中显示了一个此类型的计算机的实例,该图显示了通用计算机系统1800的示意图。根据一个实施方式,系统1800可以用于与前述任意计算机实施方法相关描述的操作。系统1800包括处理器1810、存储器1820、存储设备1830以及输入/输出设备1840。使用系统总线1850将组件1810、1820、1830和1840中的每一个互连。处理器1810能够处理用于在系统1800内执行的指令。在一个实施方式中,处理器1810是单线程处理器。在另一个实施方式

中,处理器1810是多线程处理器。处理器1810能够处理存储在存储器1820中或存储设备1830上的指令,以在输入/输出设备1840上显示用户界面的图形信息。

[0245] 存储器1820存储系统1800内的信息。在一个实施方式中,存储器1820是计算机可读介质。在一个实施方式中,存储器1820是易失性存储器单元。在另一个实施方式中,存储器1820是非易失性存储器单元。

[0246] 存储设备1830能够为系统1800提供大容量存储。在一个实施方式中,存储设备1830是计算机可读介质。在各种不同的实施方式中,存储设备1830可以是软盘设备、硬盘设备、光盘设备或磁带设备。

[0247] 输入/输出设备1840为系统1800提供了输入/输出操作。在一个实施方式中,输入/输出设备1840包括键盘和/或指向设备。在另一个实施方式中,输入/输出设备1840包括用于显示图形用户界面的显示单元。

[0248] 尽管本说明书中包含了很多具体的实施细节,但是不应将这些解释为是对任何发明的范围或对所要求保护的范围的限制,而是应将其解释为可能是针对特定发明的特定实施方式的特征的描述。在分别的实施方式的背景下在本说明书中描述的某些特征也可以在单个实施方式中组合实施。相反地,在单个实施方式的背景下描述的各种特征也可以在多个实施方式中单独地或以任意适宜的子组合实施。而且,尽管特征可以如上描述为以某些组合起作用并且甚至最初如此要求保护,但是在一些情况下可以将来自所要求保护的组合的一个或多个特征从组合中删除,且所要求保护的组合可以涉及子组合或子组合的变体。

[0249] 类似地,尽管在附图中以特定顺序描述了操作,但是这不应被理解为要求此类操作以所示的特定顺序或以相继顺序进行,或者不应被理解为要求进行所有示出的操作,以实现所需结果。在某些情况中,多任务和平行处理可能是有利的。而且,不应将上文所述实施方式中的各种系统模块和组件的分离理解为在所有实施方式中均需要此类分离,并且应理解,通常可以将所描述的程序组件和系统一起集成在单一软件产品或打包入多个软件产品中。

[0250] 已描述了主题的特定实施方式。其他实施方式在下述权利要求的范围内。例如,可以以不同顺序进行权利要求中所述的动作并且仍实现所需结果。作为一个实例,附图中所描述的过程不一定需要所示的特定顺序或相继顺序以实现所需结果。在一些情况下,多任务和平行处理可能是有利的。

[0251] 请求保护的是:

爆裂法

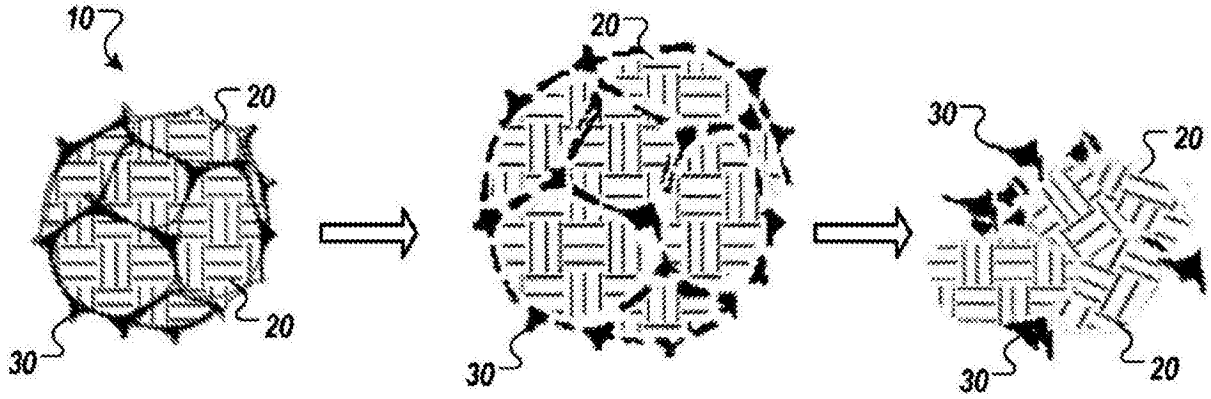


图1A

晶粒边界工程法

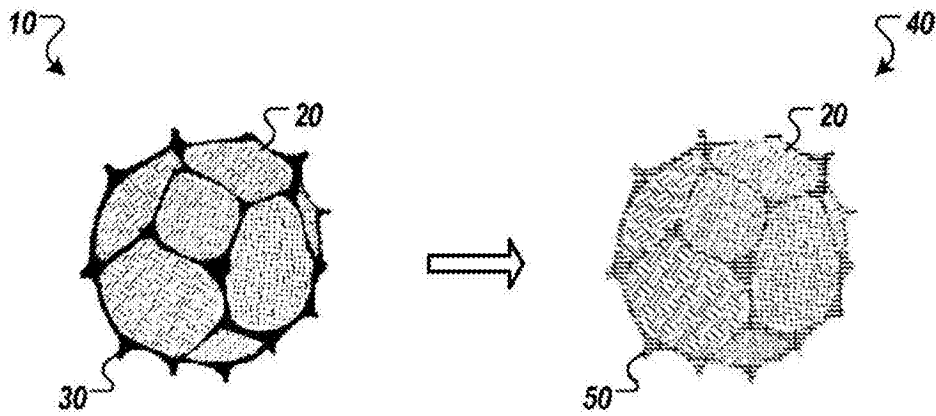


图1B

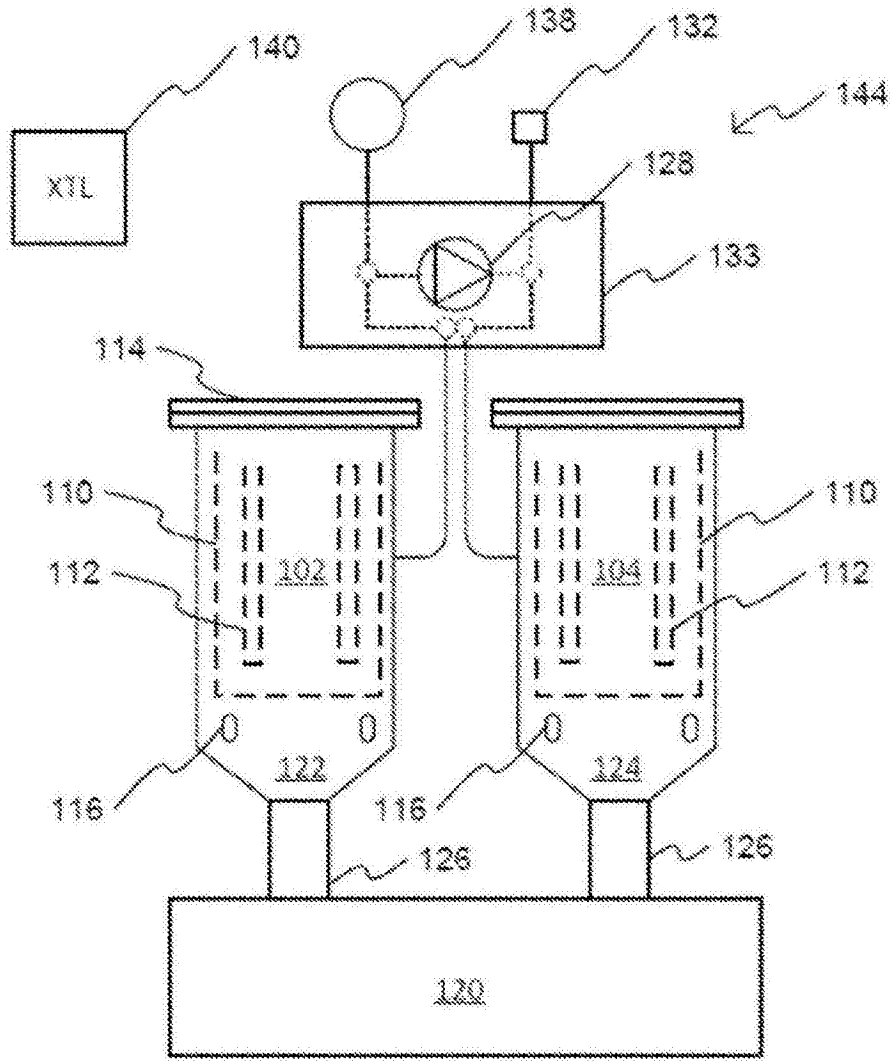


图2

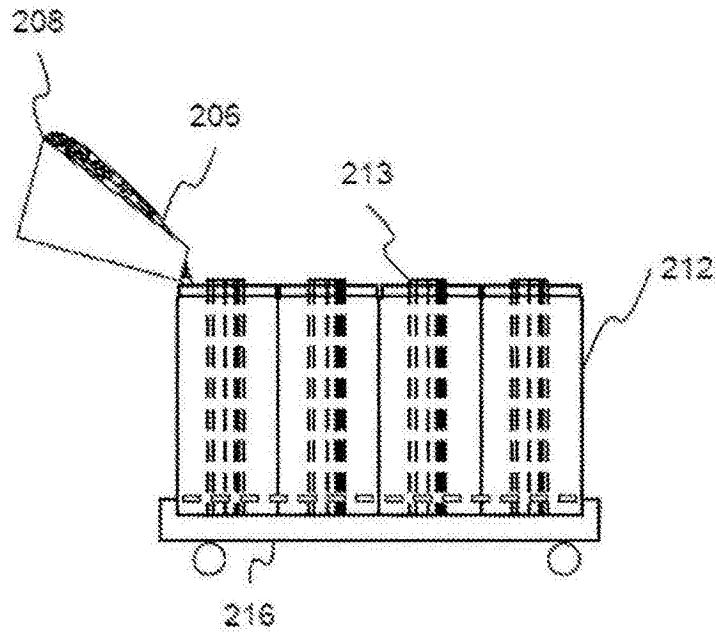


图3A

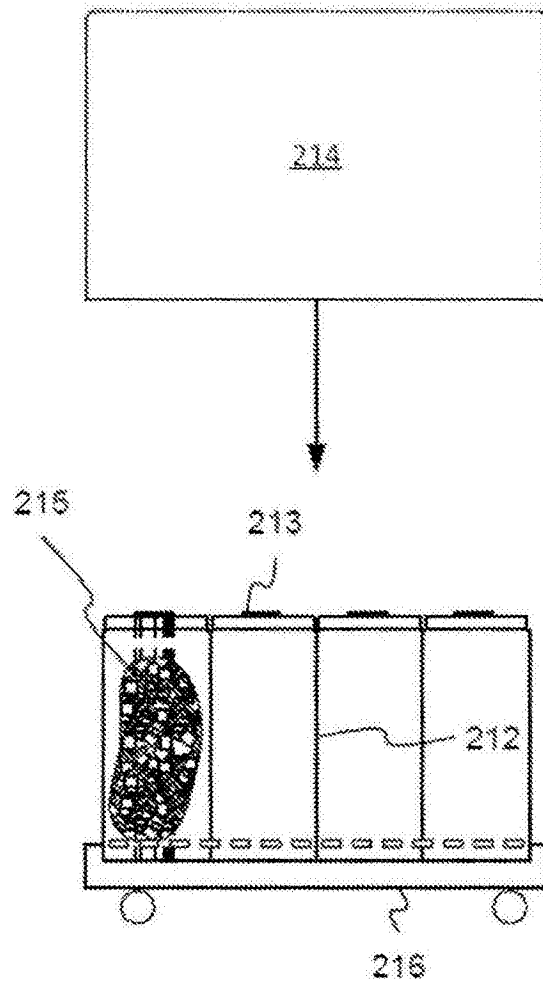


图3B

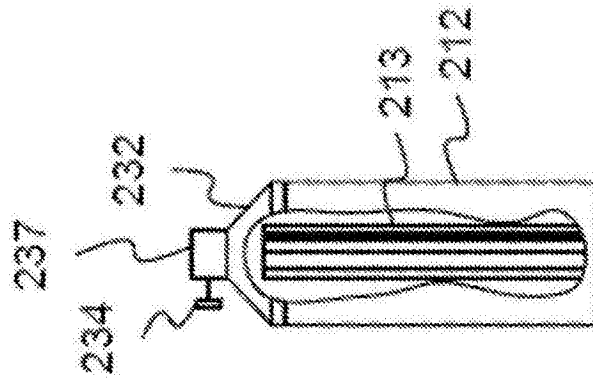


图3C

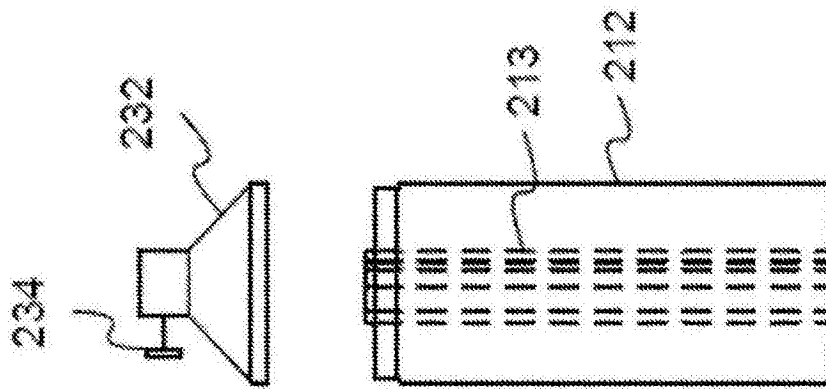


图3D

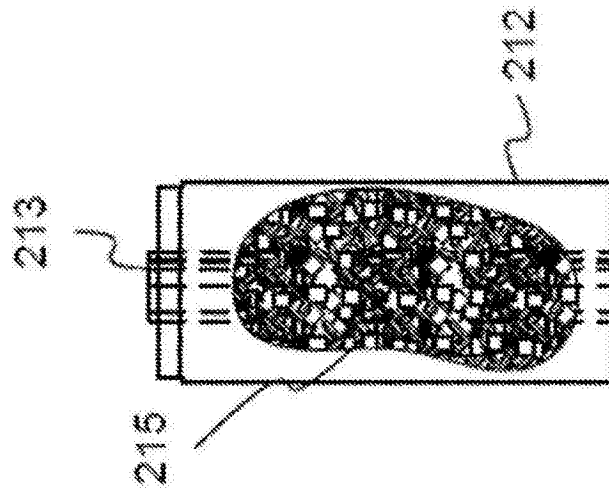


图3E

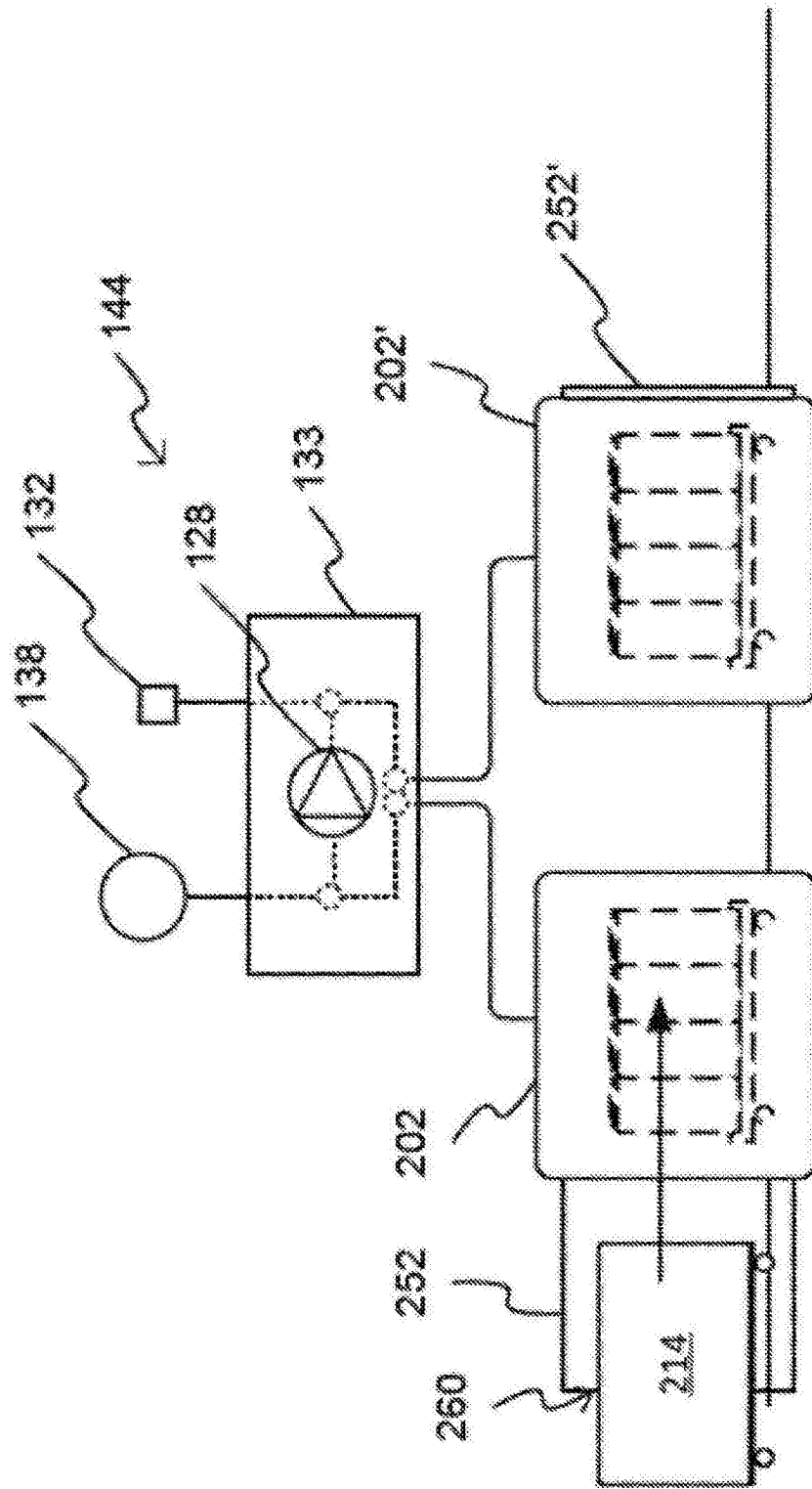


图3F

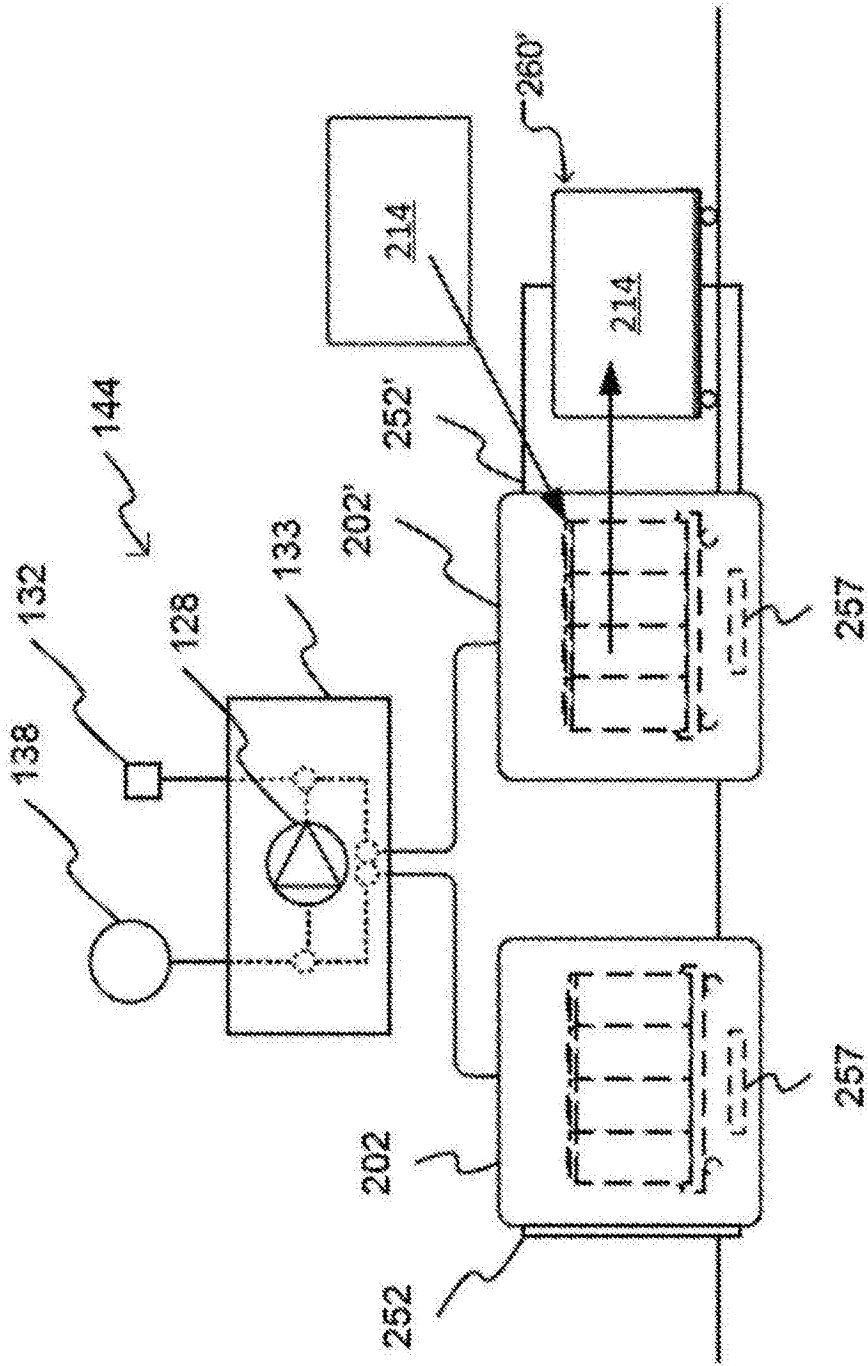


图3G

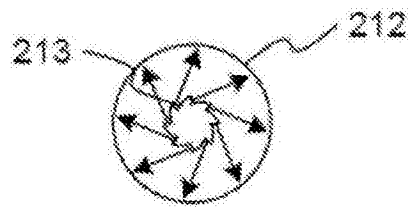


图3H

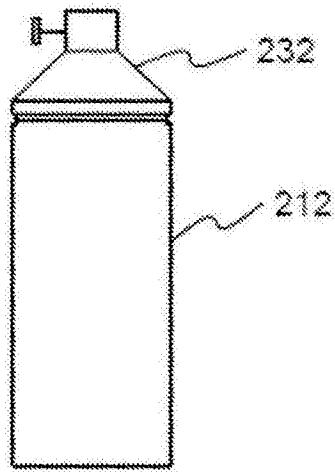


图3J

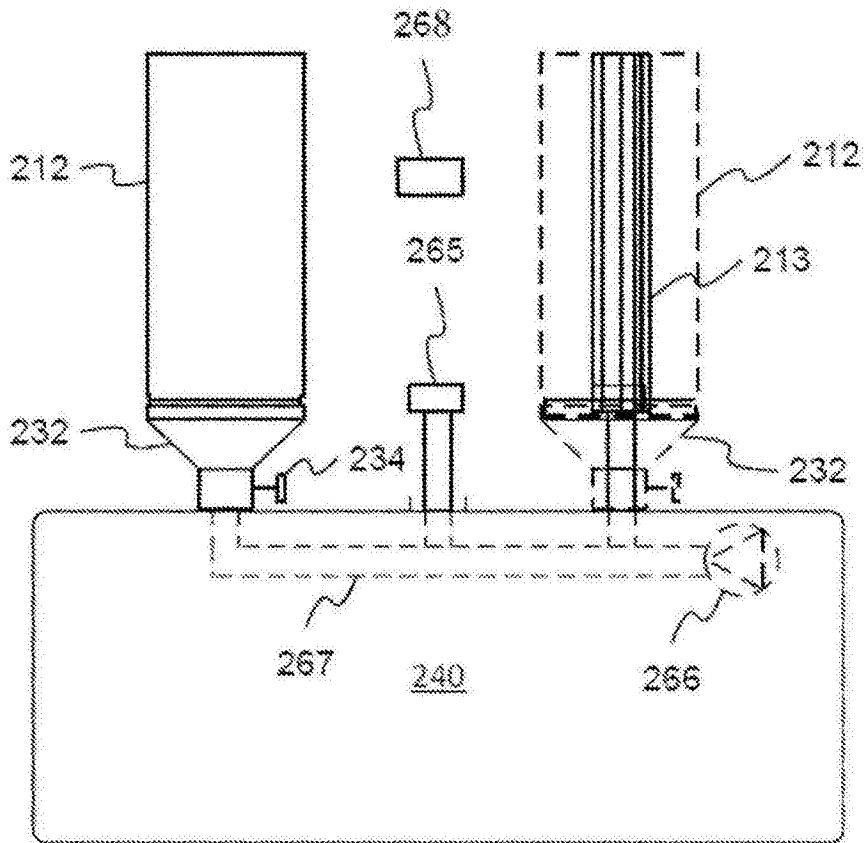


图3K

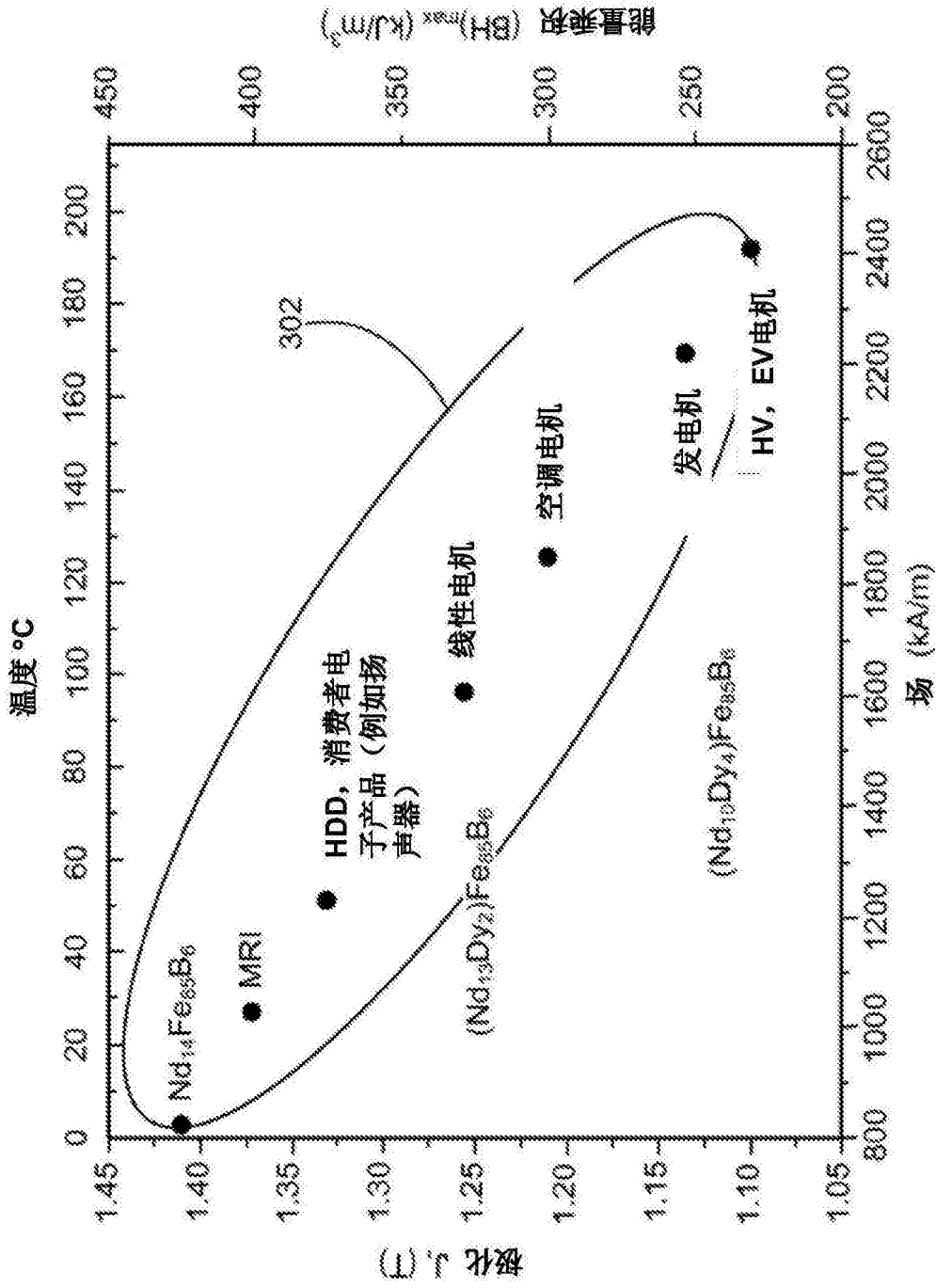


图4

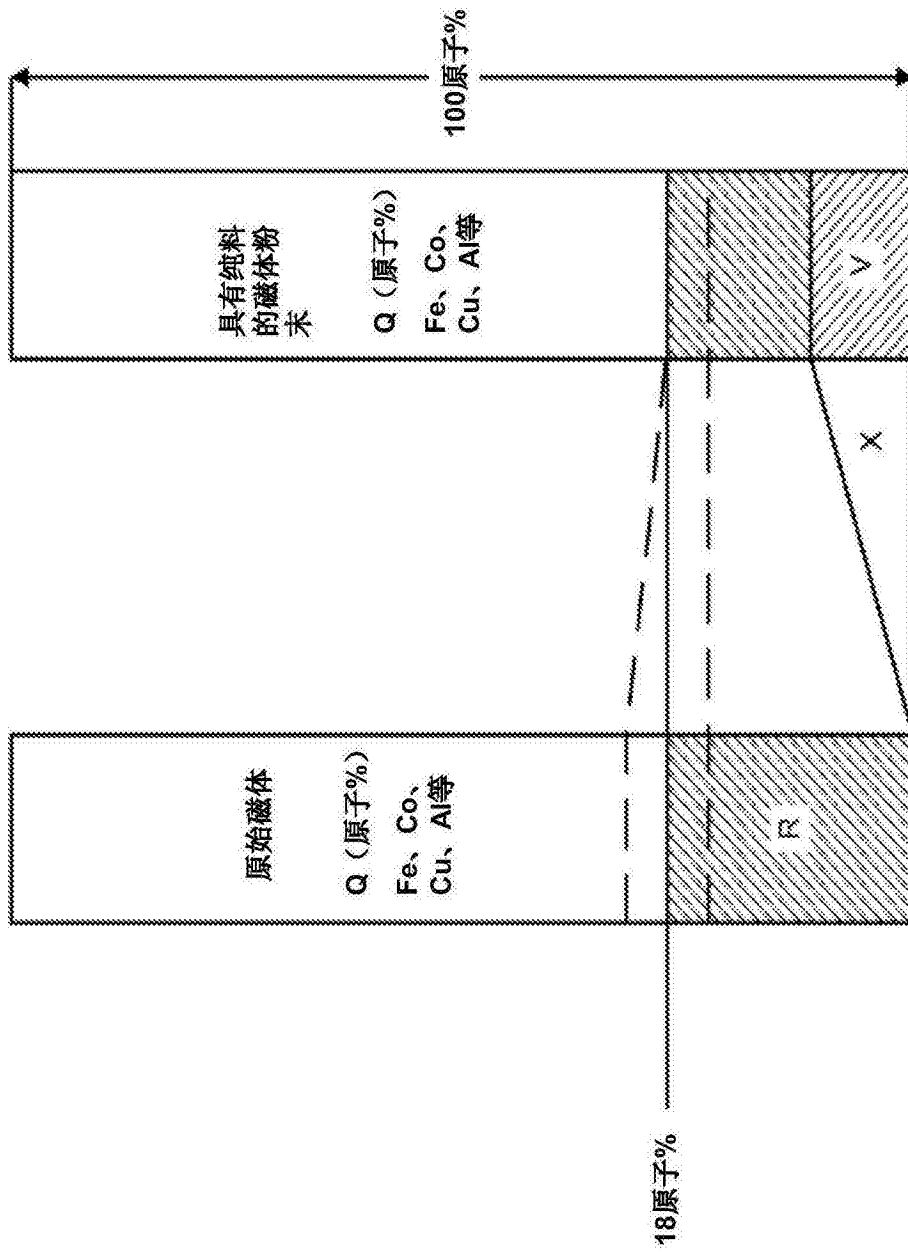


图5

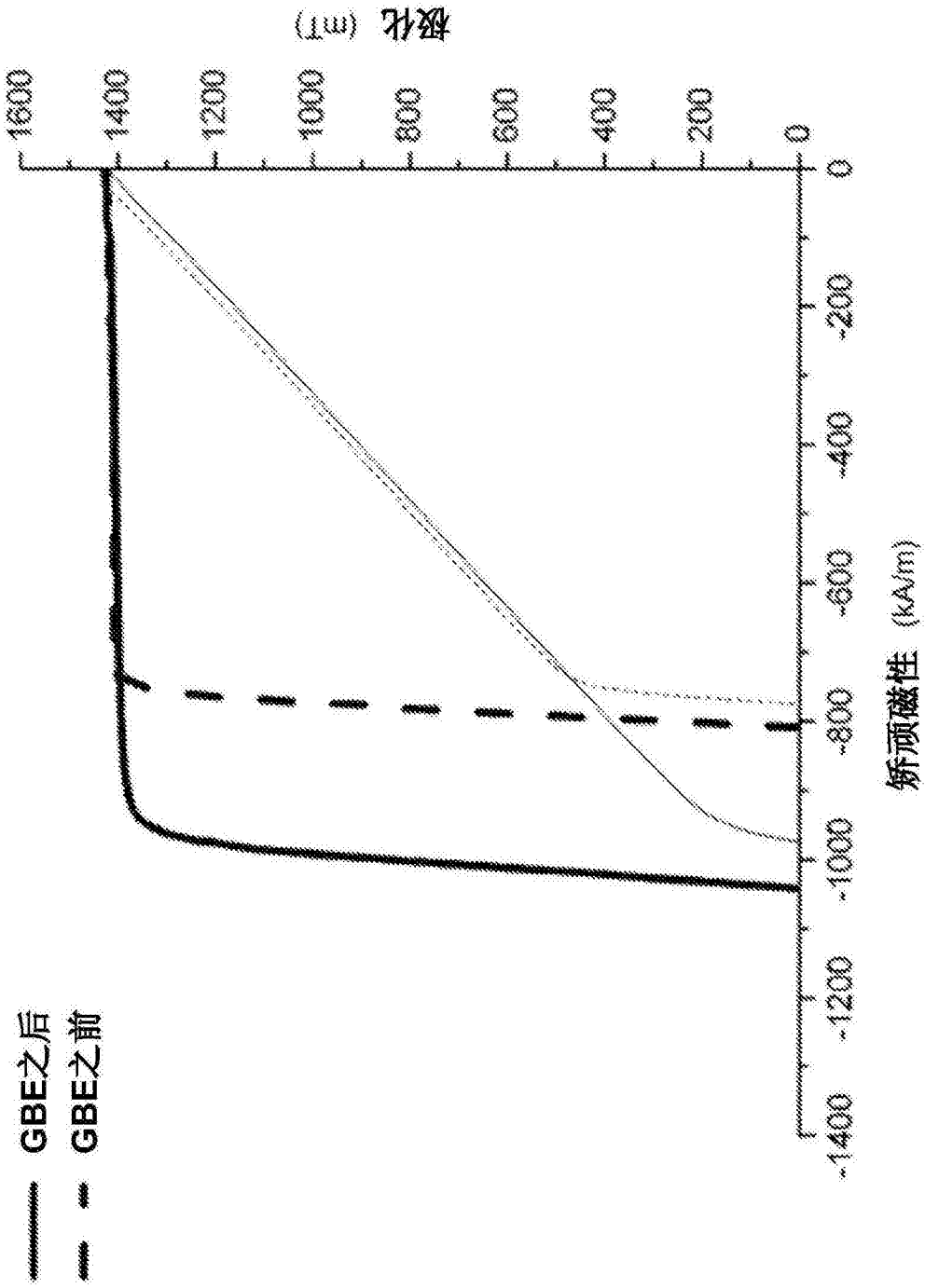


图6

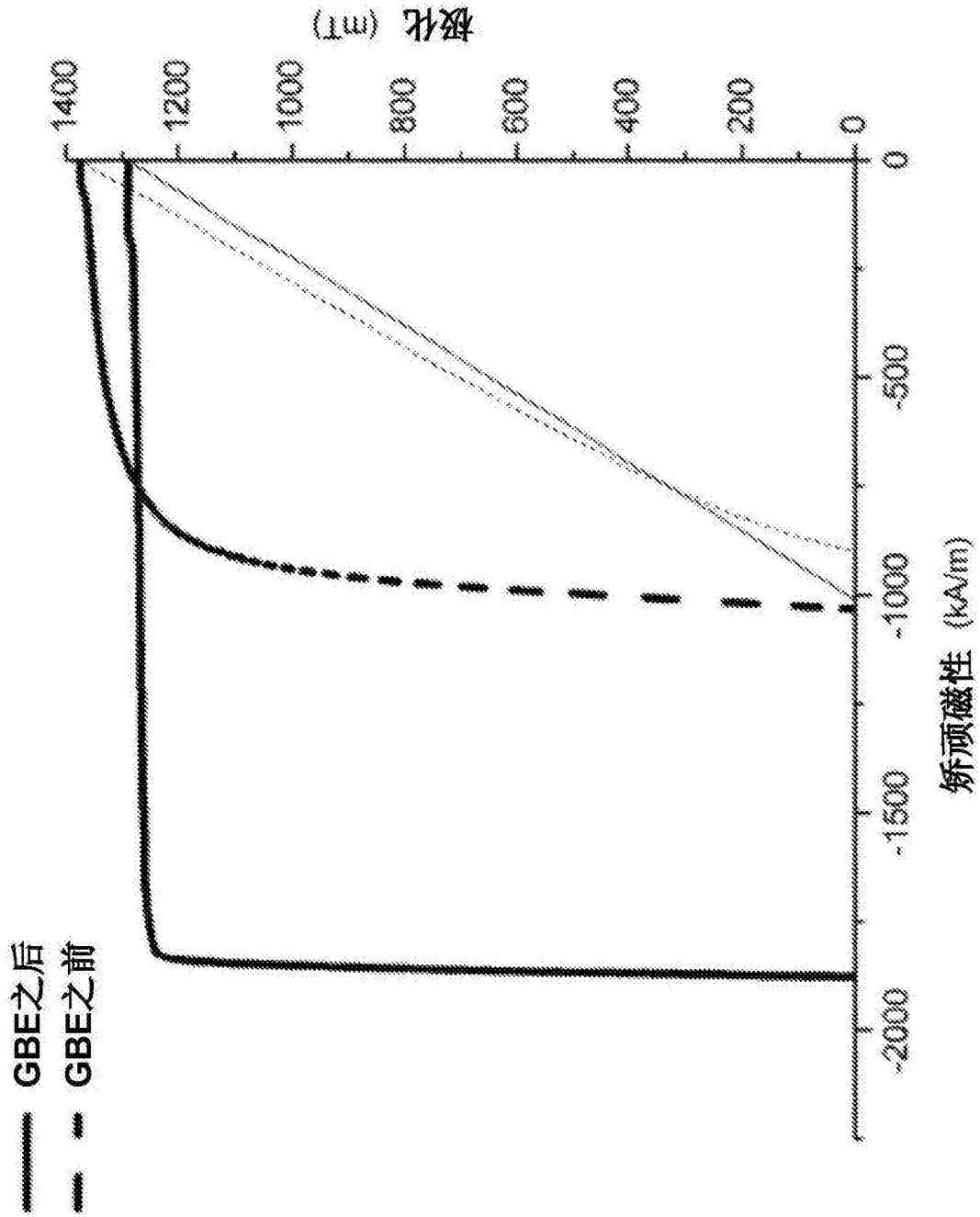


图7

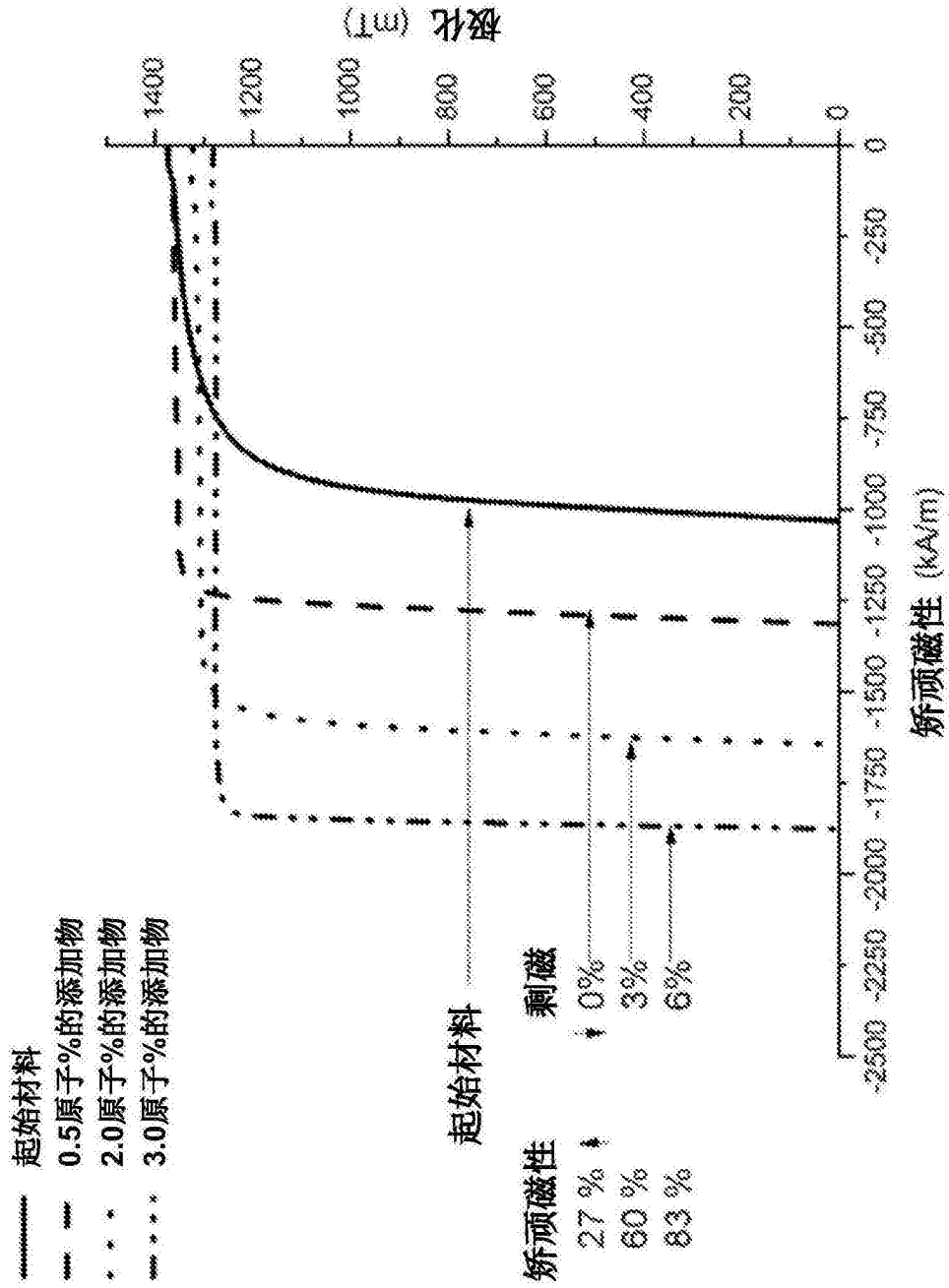


图8

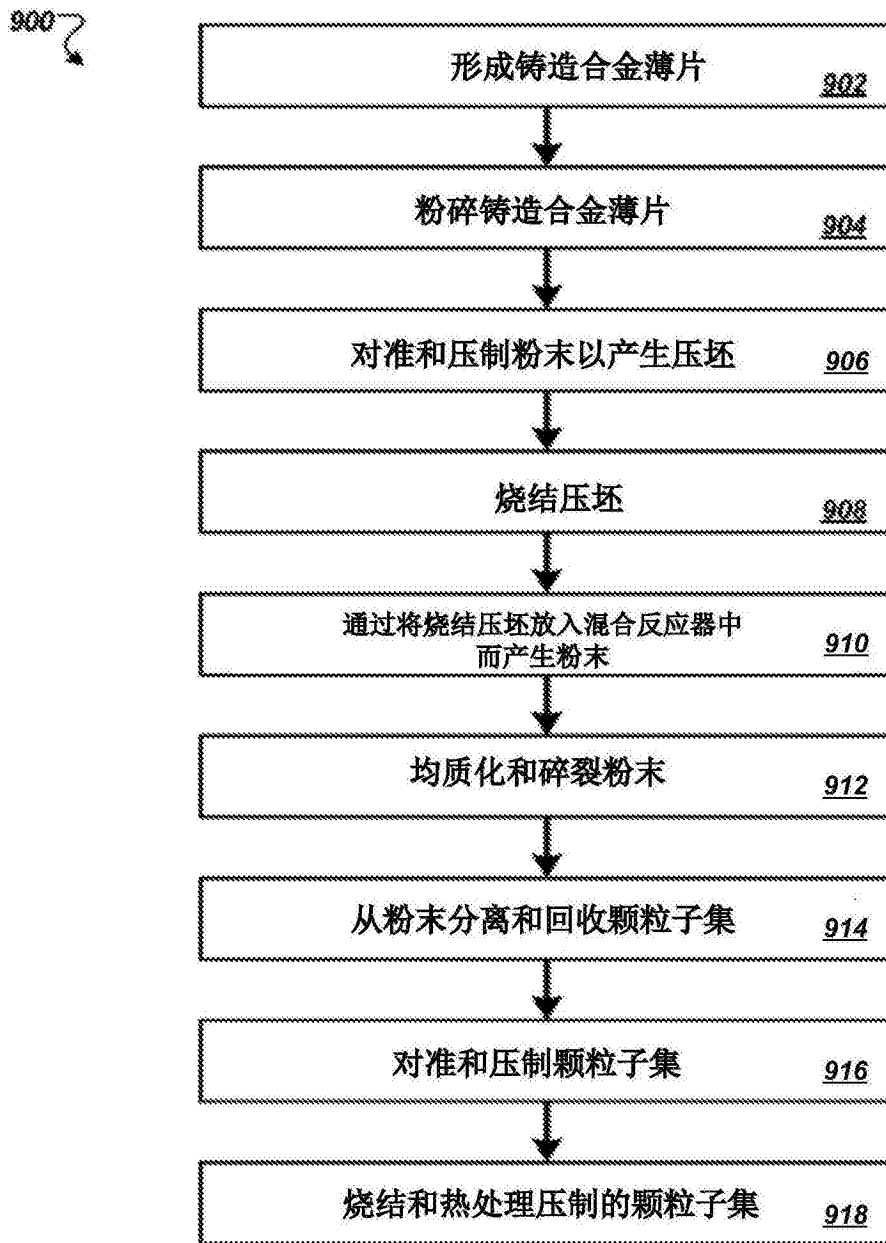


图9

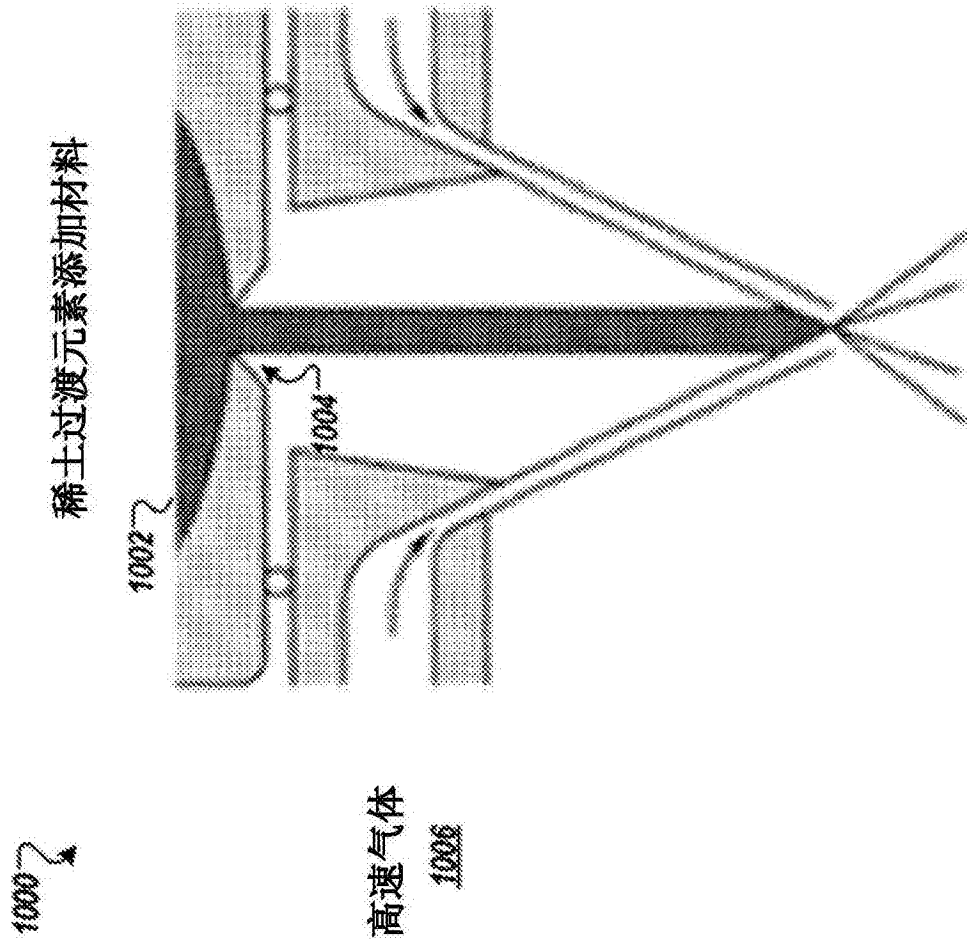


图10

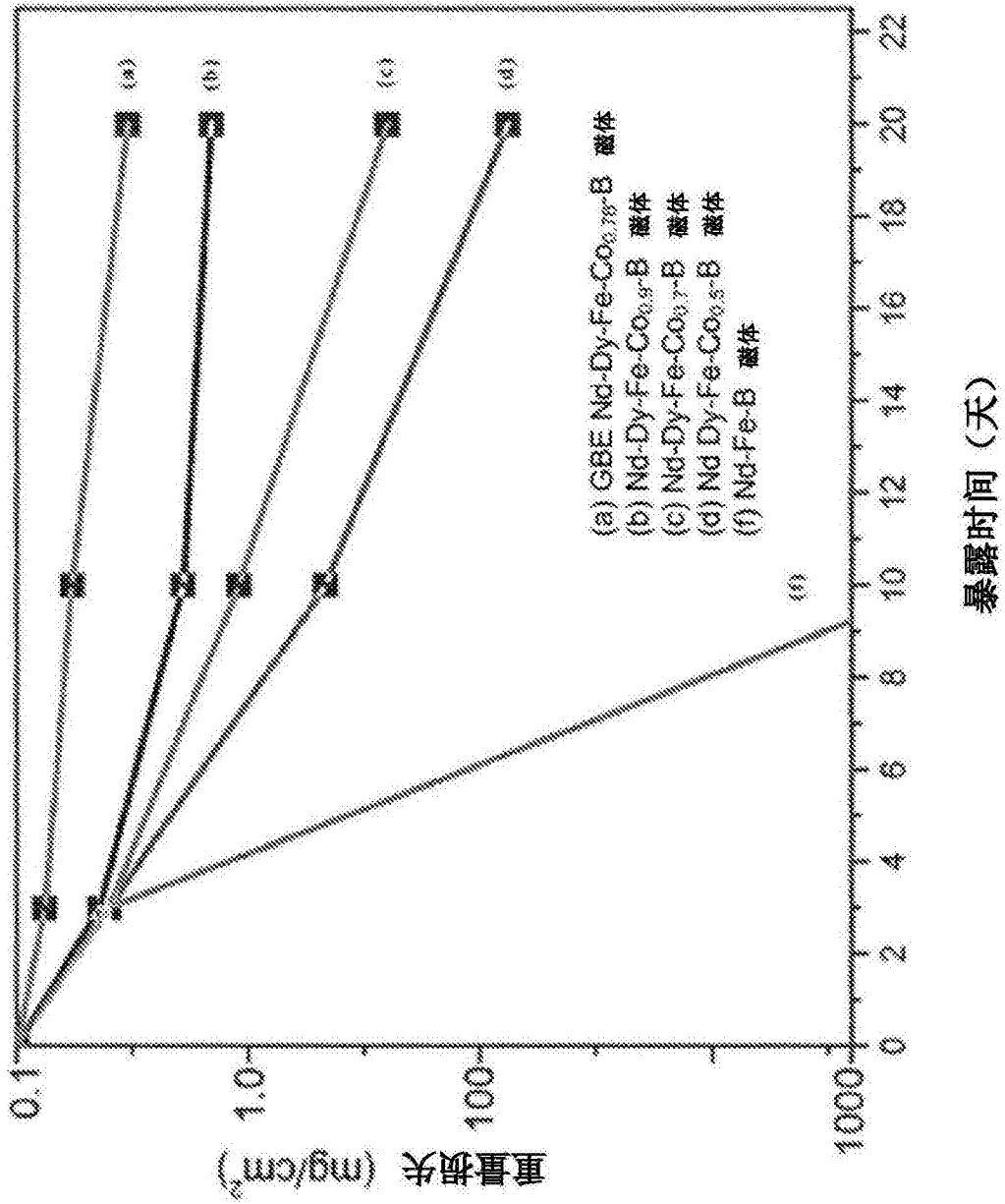


图11

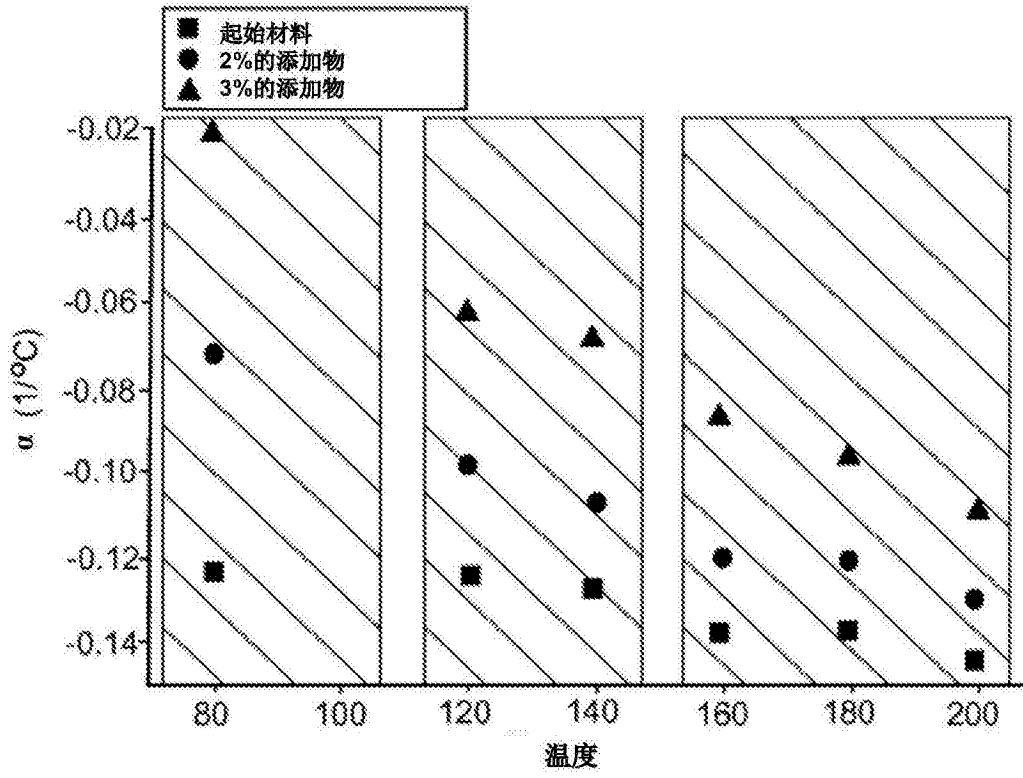


图12A

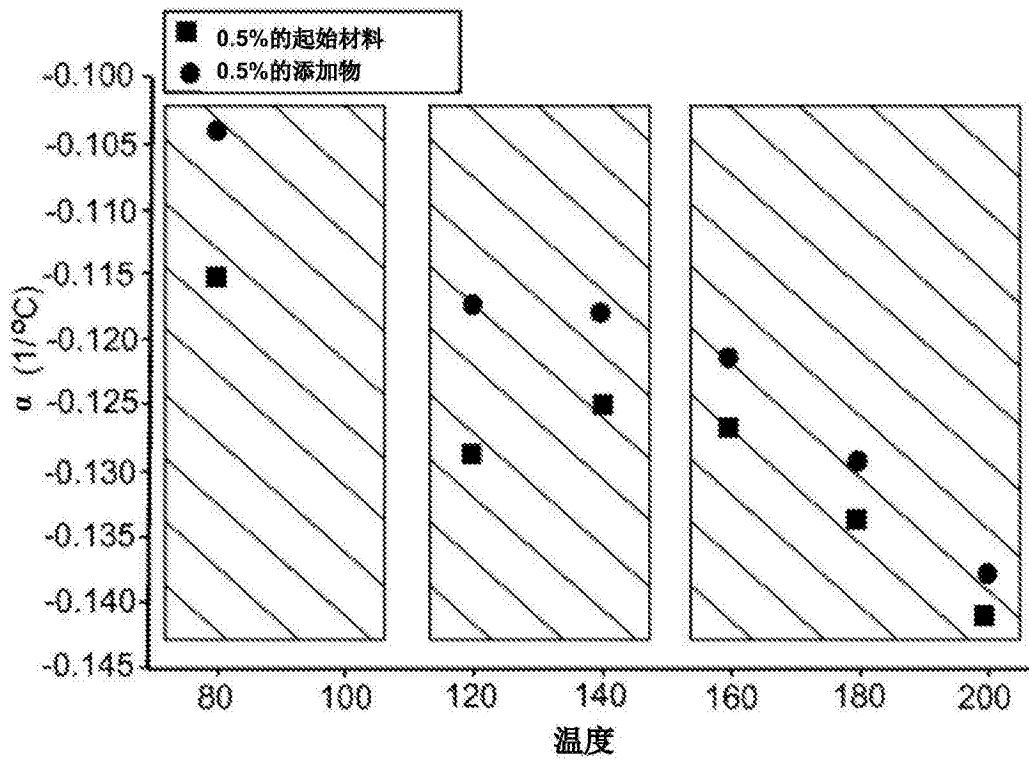


图12B

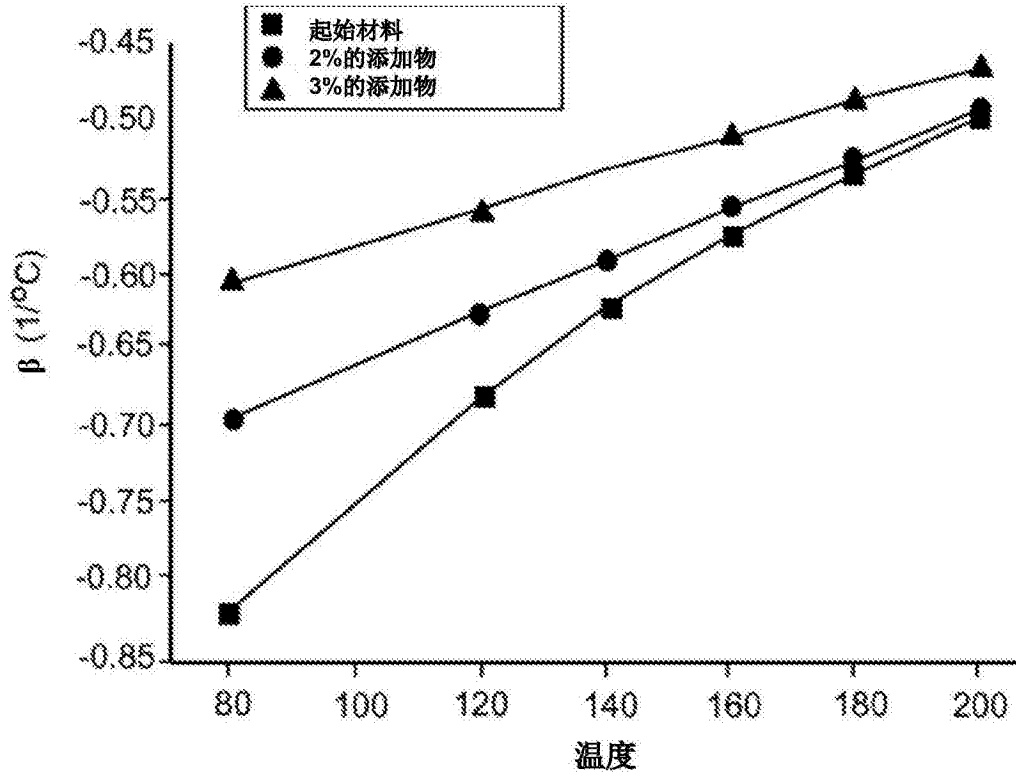


图13A

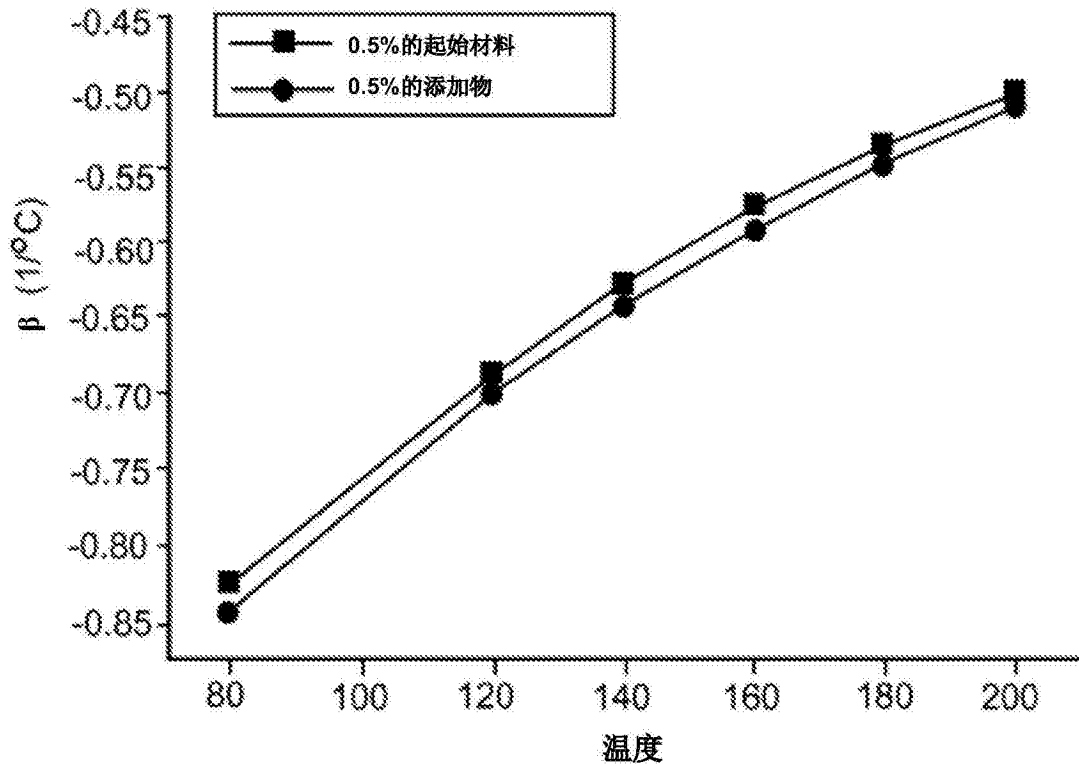


图13B

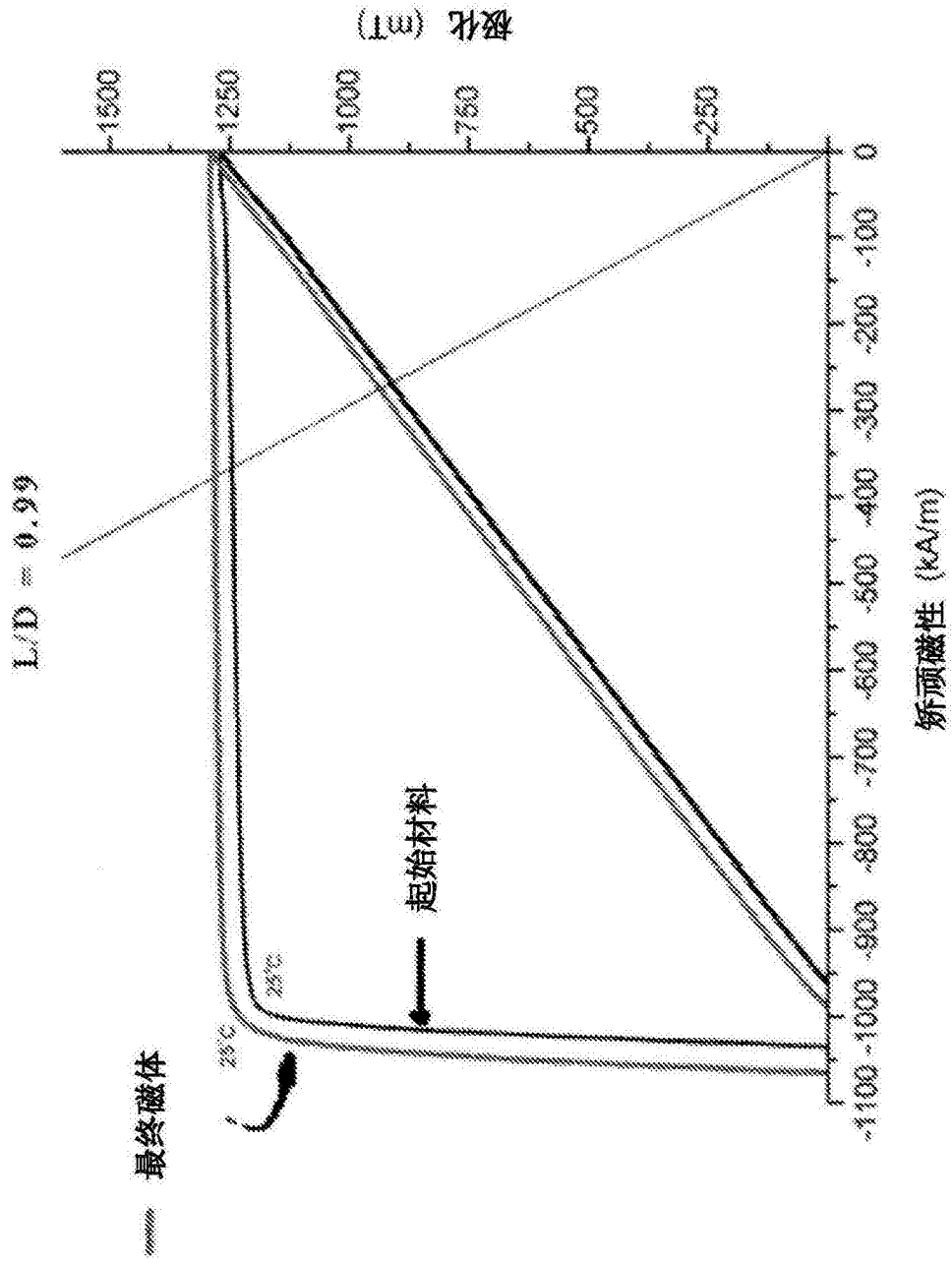


图14

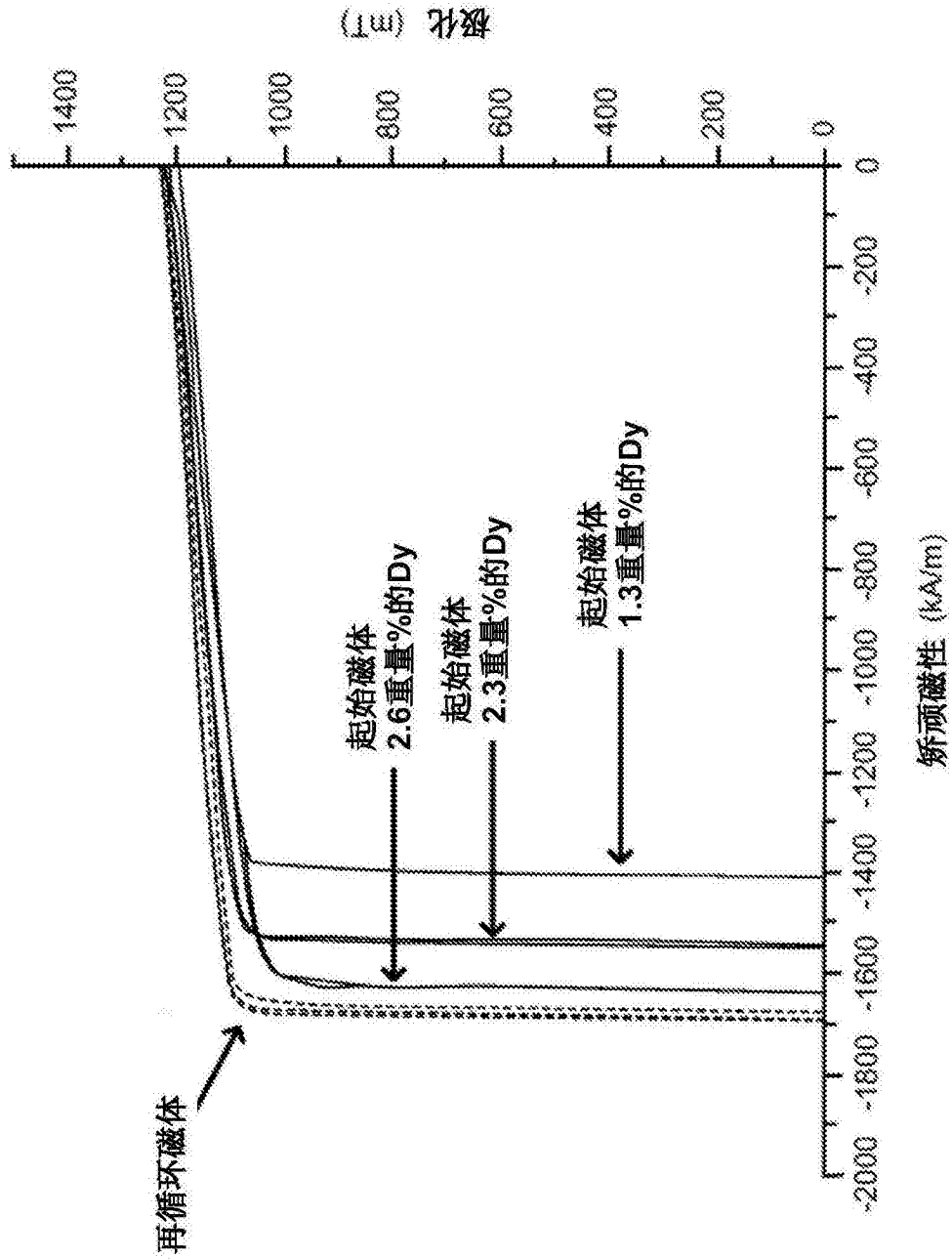


图15

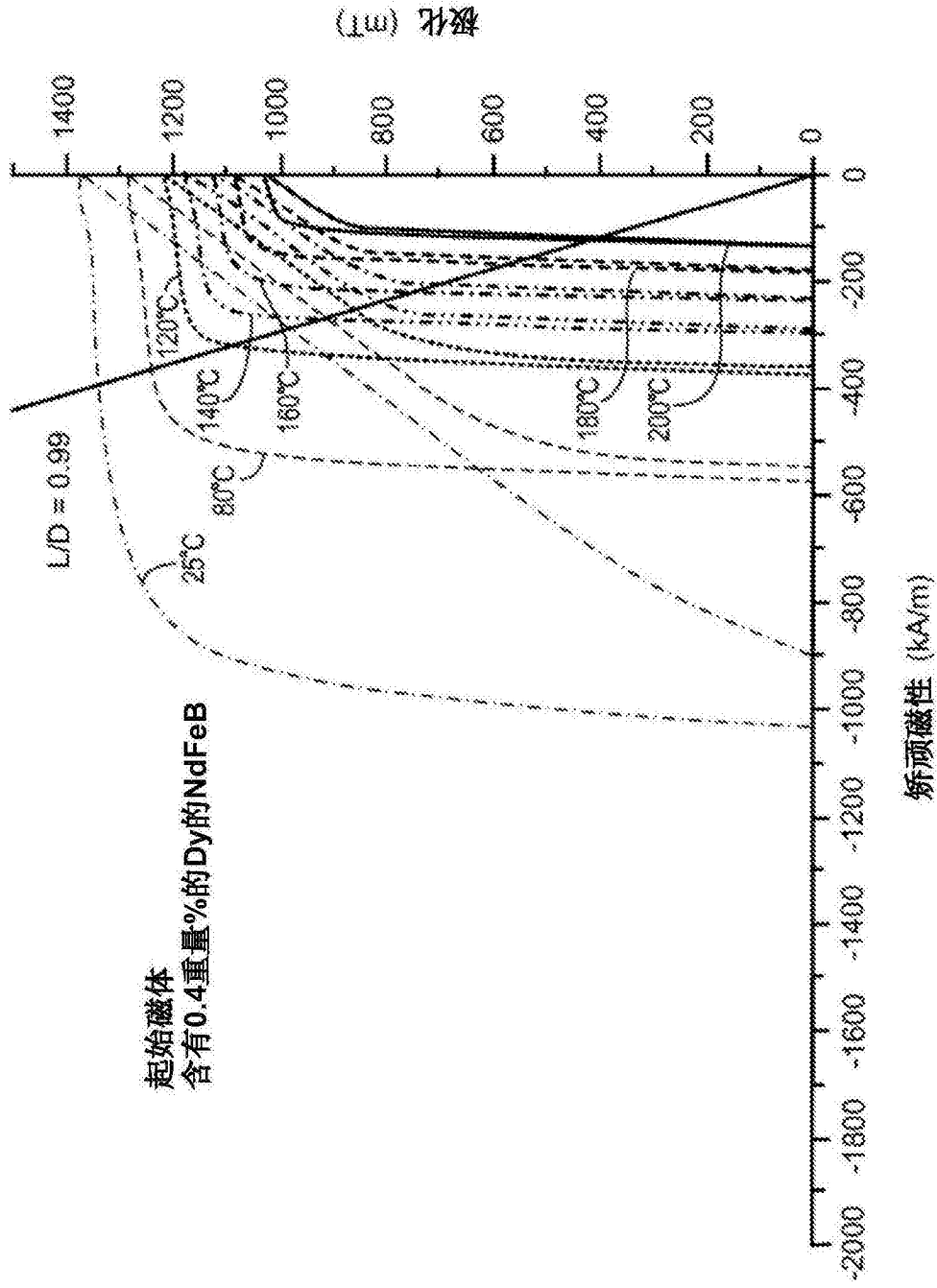


图16

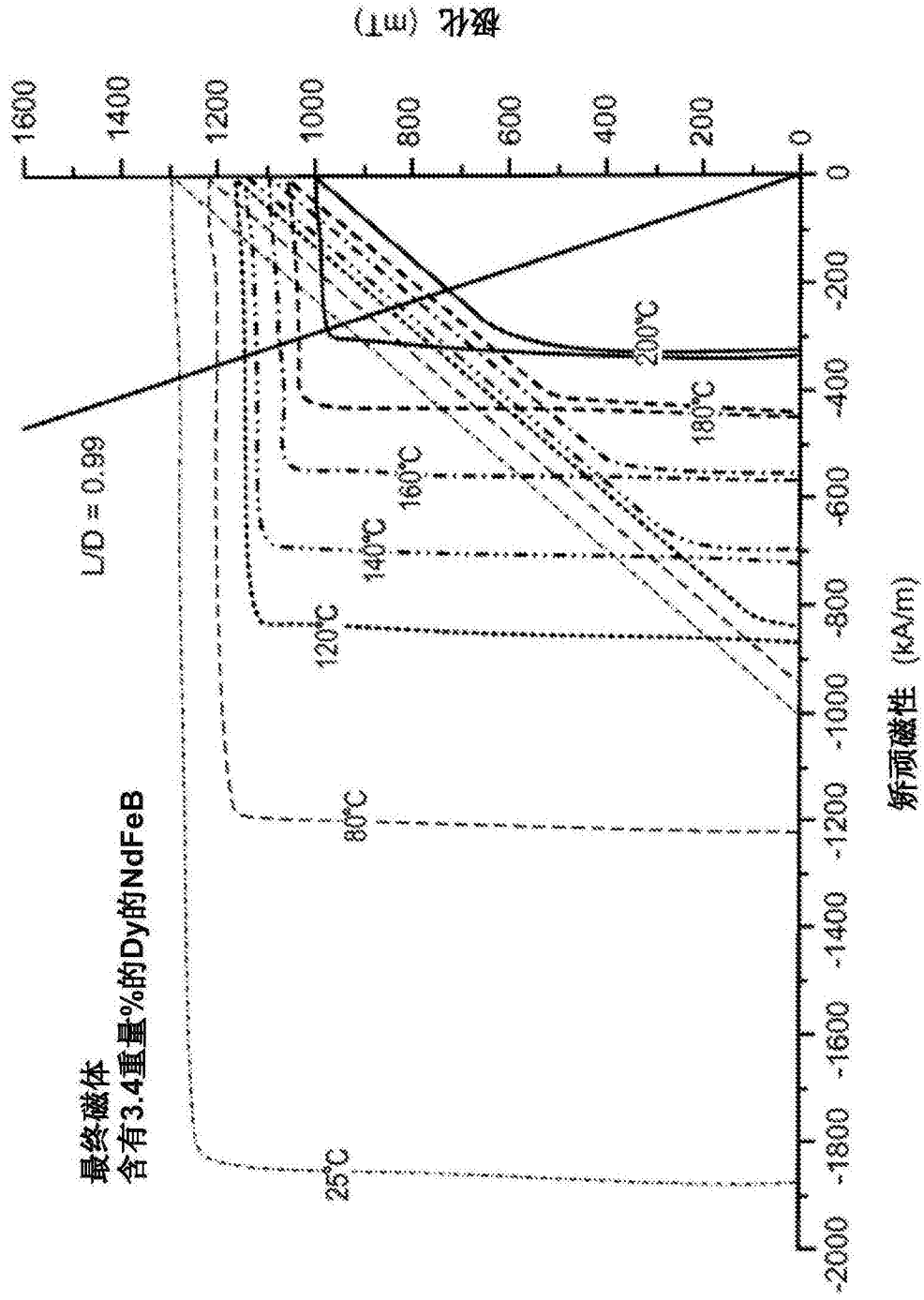


图17

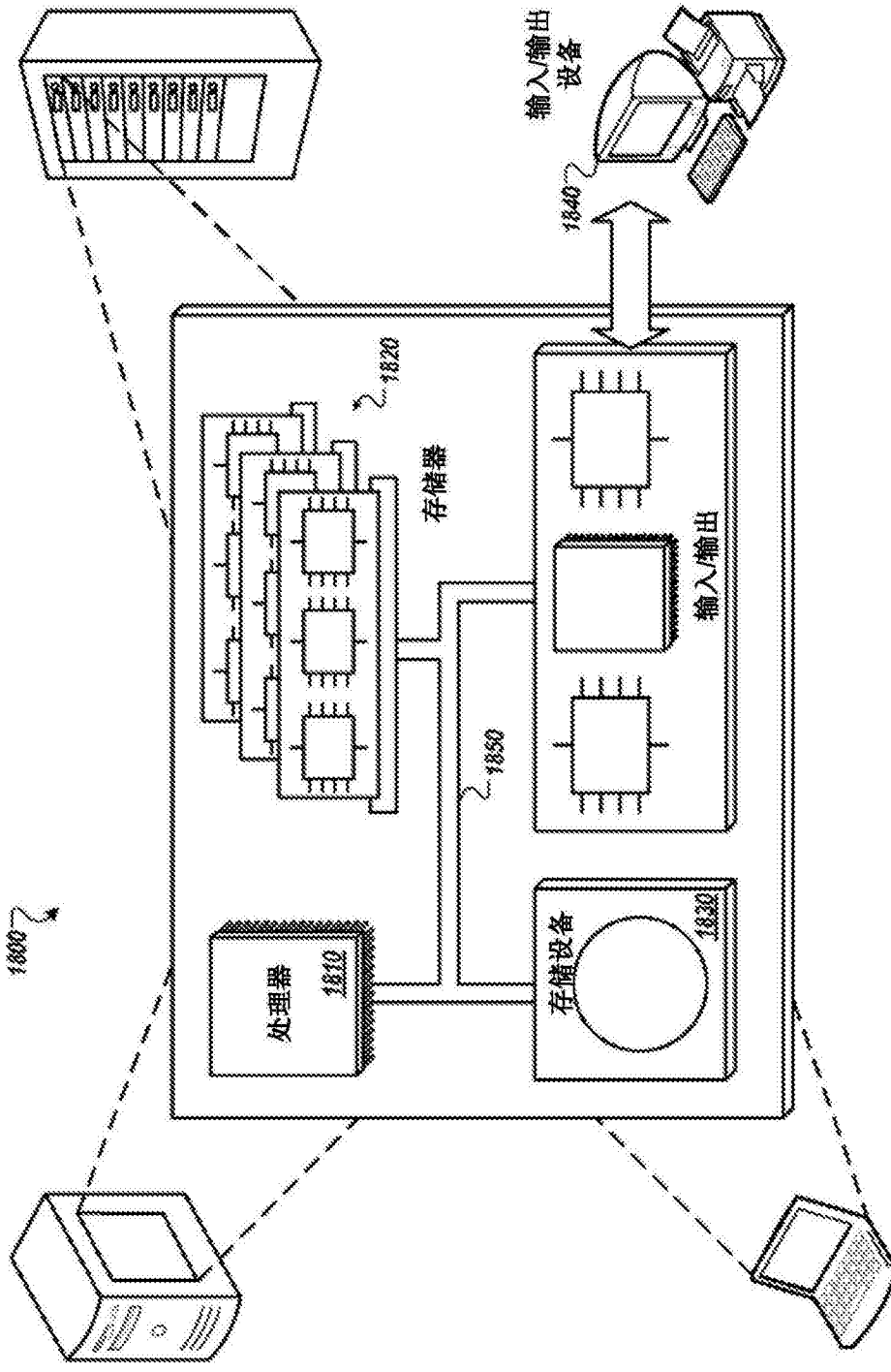


图18