



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0049538
(43) 공개일자 2017년05월10일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/08 (2006.01) *B22F 1/00* (2006.01)
B22F 9/04 (2006.01) *C22C 1/04* (2006.01)
C22C 33/02 (2006.01) *H01F 1/057* (2006.01)
H01F 41/02 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
B22F 9/08 (2013.01)
B22F 1/0055 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2017-7006952
- (22) 출원일자(국제) 2015년08월14일
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2017년03월14일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2015/045202
- (87) 국제공개번호 WO 2016/025792
국제공개일자 2016년02월18일
- (30) 우선권주장
62/037,754 2014년08월15일 미국(US)
14/742,080 2015년06월17일 미국(US)

- (71) 출원인
어반 미닝 컴퍼니
미국, 텍사스 78744, 오스틴, 스위트 150, 이스트 리버사이드 드라이브 8201
- (72) 발명자
자코닉 미하
미국 78745 텍사스주 오스틴 게이츠헤드 드라이브 5418
- 튜더 카타리나 오아나
미국 78745 텍사스주 오스틴 게이츠헤드 드라이브 5418
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
김진희, 김태홍

전체 청구항 수 : 총 30 항

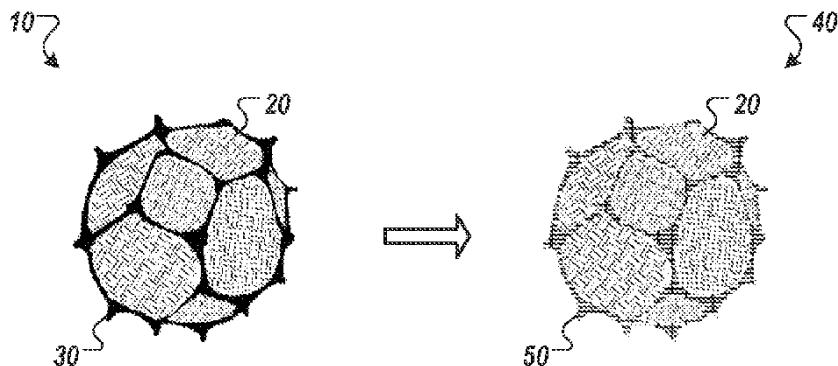
(54) 발명의 명칭 결정립계 공학

(57) 요 약

컴퓨터 저장 매체 상에 코딩된 컴퓨터 프로그램을 비롯한, 자성체를 생성하기 위한, 방법, 시스템, 및 장치. 상기 방법들 중 한 방법은 자성 성분을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 단계, 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 단계, 2:14:1 상 결정립의 적어도 일부를 유지하면서, 주조 합금 박편을 분쇄하여 제1 분말을 생성하는 단계, 제1 분말에서 입자를 가압하고 배열시켜 제1 성형체를 생성하는 단계, 제1 성형체를 소결하여 소결된 성형체를 생성하는 단계, 소결된 성형체로부터 2:14:1 상 결정립의 적어도 일부를 유지시키면서 소결된 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 단계, 제2 분말로부터 2:14:1 상 결정립의 적어도 일부를 유지하면서 제2 분말과 희토류 물질 및 원소 첨가제를 혼합하여 균질한 분말을 생성하는 단계, 및 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계를 포함한다.

대 표 도 - 도1b

결정립계 공학 공정



(52) CPC특허분류

C22C 1/0441 (2013.01)

C22C 33/0278 (2013.01)

H01F 1/0577 (2013.01)

H01F 41/0293 (2013.01)

B22F 2009/048 (2013.01)

C22C 2202/02 (2013.01)

(72) 발명자

어퓨니 피터

미국 21903 메릴랜드주 페리빌 세네카 쇼레스 로드

160

엘 포조 월터

영국 웨스트 미들랜드 비67 5에이치제이 스미스윅

클리포드 로드 15

도브 스텔판 케네쓰 다니엘

영국 웨스트 미들랜드 비30 1티엘 베밍엄 본빌 오
크 트리 레인 137

명세서

청구범위

청구항 1

Nd-Fe-B 영구 자석의 제조 방법으로서,

자성 성분을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 단계;

용융된 합금으로부터 복수 개의 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 단계;

주조 합금 박편으로부터 2:14:1 상 결정립 중 적어도 일부를 유지시키면서, 주조 합금 박편을 분쇄하여 제1 분말을 생성하는 단계;

제1 분말 중 입자를 압착시키고, 정렬시켜 제1 성형체를 생성하는 단계;

제1 성형체를 소결시켜 소결 성형체를 생성하는 단계;

소결 성형체로부터 2:14:1 상 결정립 중 적어도 일부를 유지시키면서, 소결 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 단계;

제2 분말로부터 2:14:1 상 결정립 중 적어도 일부를 유지시키면서, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 단계로서, 여기서, 희토류 물질 R은 i) Nd, ii) Pr, 또는 iii) Dy 중 하나 이상을 포함하고, 원소 첨가제 A는 i) Co, ii) Cu, 또는 iii) Fe 중 하나 이상을 포함하는 단계; 및

균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계

를 포함하는 Nd-Fe-B 영구 자석의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 용융된 합금으로부터 복수 개의 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 단계는 용융된 합금으로부터 각각 복수 개의 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A는 함께 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%를 포함하는 것인 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 소결된 성형체를 단편화하는 단계는 평균 입자 크기가 1 내지 4 μm 이 되도록 소결된 성형체를 단편화시키는 것을 포함하는 것인 제조 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 소결된 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 단계는 제2 분말로부터 제2 분말에서의 입자의 평균 크기 보다 더 큰 입자 분획 크기를 갖는 입자를 제거하여 Nd-Fe-B 자성 생성물 중 1.98at.% 미만의 산소 농도를 얻는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 소결된 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 단계는 소결된 성형체를 단편화하여 평균 입자 크기가 약 1 μm 내지 약 2 mm인 제2 분말을 형성하는 것을 포함하고, 상기 방법은,

평균 입자 크기가 약 1 내지 약 4 μm 이 되도록 제2 분말을 단편화시키는 단계; 및

제2 분말을 균질화시키는 단계를 더 포함하는 제조 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 제2 분말을 균질화하는 단계는 평균 입자 크기가 약 $1 \mu\text{m}$ 내지 약 2 mm인 제2 분말을 균질화하는 것을 포함하고; 그리고

제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 생성하는 단계는 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 $4 \mu\text{m}$ 인 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질화된 분말을 생성하는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 8

제6항에 있어서, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 생성하는 단계는 평균 입자 크기가 약 $1 \mu\text{m}$ 내지 약 2 mm인 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질화된 분말을 생성하는 것을 포함하고; 그리고

제2 분말을 균질화하는 단계는 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 $4 \mu\text{m}$ 인 제2 분말을 균질화하는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 소결된 성형체를 단편화하는 것과 별개로 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 단계를 포함하고, 여기서 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 생성하는 단계는 제2 분말을 a) 단편화된 희토류 물질 R 및 B) 단편화된 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 생성하는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Co의 원자 백분율은 3.098at.% 이하인 제조 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Cu의 원자 백분율은 0.1849at.% 이하인 제조 방법.

청구항 12

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Fe 및 Co의 조합된 원자 백분율은 약 76.3928 내지 약 83.1267at.%인 제조 방법.

청구항 13

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Fe 및 Co의 조합된 원자 백분율은 77at.% 이하인 제조 방법.

청구항 14

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Nd, Pr, 및 Dy의 조합된 원자 백분율은 소결된 성형체에서의 Nd, Pr, 및 Dy의 조합된 원자 백분율 이상인 제조 방법.

청구항 15

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Nd, Dy, 및 Pr의 조합된 원자 백분율은 18at.% 이하인 제조 방법.

청구항 16

제1항에 있어서, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 생성하는 단계는 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 제2 분말 내에 균질하게 분포시키는 것을 포함하고; 그리고

균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계는 대체로 Nd-Fe-B 자성 생성물 내에서 2:14:1 상 결정립을 감싸도록, 증가되는 희토류 물질 R의 농도 및 원소 첨가제 A의 농도를 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 제2 분말 내에 포함되는 소결된 성형체로부터의 기존 Nd-풍부 결정립계 상을 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 포함하는 새로운 결정립계 상으로 대체하는 단계를 포함하는 제조 방법.

청구항 18

제1항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물은,
 범위가 [7.3635 이상, 11.1038 이하](at.%)인 양의 Nd,
 범위가 [76.3928 이상, 80.0287 이하](at.%)인 양의 Fe, 및
 범위가 [5.7493 이상, 6.4244 이하](at.%)인 양의 B
 를 포함하는 제조 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물은,
 범위가 [0.09 이상, 4.0 이하](at.%)인 양의 O, 및
 범위가 [0.01 이상, 1.0 이하](at.%)인 양의 C
 를 포함하는 제조 방법.

청구항 20

제18항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물은,
 범위가 [0.199 이상, 4.0535 이하](at.%)의 양의 Dy
 를 포함하는 제조 방법.

청구항 21

제18항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물은,
 범위가 [1.445 이상, 3.6323 이하](at.%)인 양의 Pr
 을 포함하는 제조 방법.

청구항 22

제18항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물은,
 범위가 [0 이상, 3.098 이하](at.%)의 양의 Co
 를 포함하는 제조 방법.

청구항 23

제18항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물은,
 범위가 [0.0508 이상, 0.1849 이하](at.%)인 양의 Cu
 를 포함하는 제조 방법.

청구항 24

제18항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물에서의 희토류 물질 R의 총량이 [12.66 이상, 15.03 이하](at.%)의 범위
 인 제조 방법.

청구항 25

제1항에 있어서, 희토류 물질 R은,
 i) 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 물질 A의 조합과 관련하여, 범위가 [6.1717 이상, 11.8917 이하](at.%)인 양

의 Nd,

ii) 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 물질 A의 조합과 관련하여, 범위가 [1.5495 이상, 4.821 이하](at.%)인 양의 Pr, 또는

iii) 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 물질 A의 조합과 관련하여, 범위가 [0.2132 이상, 5.3753 이하](at.%)인 양의 Dy

중 하나 이상을 포함하고,

원소 첨가제 A는,

i) 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 물질 A의 조합과 관련하여, 범위가 [0 이상, 4.0948 이하](at.%)인 양의 Co,

ii) 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 물질 A의 조합과 관련하여, 범위가 [0.0545 이상, 0.2445 이하](at.%)인 양의 Cu, 또는

iii) 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 물질 A의 조합과 관련하여, 범위가 [81.1749 이상, 85.867 이하](at.%)인 양의 Fe

중 하나 이상을 포함하는 제조 방법.

청구항 26

제1항에 있어서, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계는 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 적어도 소결 성형체와 동일한 잔류 자기 및 보자력을 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함하는 제조 방법.

청구항 27

제26항에 있어서, Nd-Fe-B 자성 생성물의 보자력이 소결된 성형체의 보자력보다 약 0 내지 약 20% 큰 것인 제조 방법.

청구항 28

제1항에 있어서, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계는 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 최종 잔류 자기 및 최종 보자력을 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함하고, 여기서 최종 잔류 자기는 소결된 성형체의 다른 잔류 자기의 약 97%이고, 최종 보자력은 소결된 성형체의 다른 보자력보다 적어도 30% 더 큰 것인 제조 방법.

청구항 29

제1항에 있어서, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계는 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 최종 잔류 자기 및 최종 보자력을 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함하고, 여기서 최종 잔류 자기는 소결된 성형체의 다른 잔류 자기의 약 95%이고, 최종 보자력은 소결된 성형체의 다른 보자력보다 적어도 80% 더 큰 것인 제조 방법.

청구항 30

제1항에 있어서, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 단계는 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 최종 잔류 자기 및 최종 보자력을 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함하고, 여기서 최종 잔류 자기는 소결된 성형체의 다른 잔류 자기보다 약 5% 더 크고, 최종 보자력은 소결된 성형체의 다른 보자력과 적어도 동일한 것인 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 관련 출원에 대한 상호 참조

[0002] 본 출원은 2014년 8월 15일 출원된 미국 가출원 번호 62/037,754, 및 2015년 6월 17일 출원된 미국 일반 출원

(Non-Provisional Application) 번호 14/742,080을 우선권 주장하며, 상기 출원들은 그 내용이 본원에서 참조로 포함된다.

[0003] 배경

본 개시내용은 결정립계 공학(GBE: Grain Boundary Engineering)을 사용하여 네오디뮴-철-붕소(Nd-Fe-B) 소결 자석을 제조하는 것에 관한 것이다.

배경 기술

[0005] 희토류 영구 자석(REPM: Rare Earth Permanent Magnets)에 대한 세계 시장은 REPM 응용분야의 범위와 함께 성장하고 있다. REPM은 높은 자석 성능 특징을 보이며, 전자, 에너지, 운수, 항공우주, 방위, 의료 장치, 및 정보 및 통신 기술을 비롯한 다수 산업에서 최첨단, 고효율 응용분야의 개발에 사용된다.

[0006] 예를 들어, Nd-Fe-B 영구 자석을 이용하는 응용분야로는 시동 모터, 잠금 방지 브레이크 장치(ABS: anti-lock braking system), 연료 펌프, 펜, 확성기, 마이크로폰, 전화 링거, 스위치, 계전기, 하드 디스크 드라이브(HDD: hard-disk drive), 스템 모터, 서보 모터, 자기 공명 영상(MRI: magnetic resonance imaging), 풍력 발전기, 로봇 공학, 센서, 자기 분리기, 유도 장치, 위성, 순항 미사일 등을 포함한다.

[0007] Nd-Fe-B 유형의 소결 자석은 초미세 조정된 원소 조성을 가지며, 이는 Nd 이외에도, Dy, Tb, Ga, Co, Cu, Al과 같은 원소 및 다른 소량의 전이 금속 원소 첨가물을 포함한다.

[0008] 중희토류 디스프로슘(Dy)을 사용하는 것이 Nd-Fe-B 자석의 온도 저항성을 향상시키는 데 도움을 줄 수 있다. 성능을 향상시키는 그의 특징에도 불구하고, Dy 자원에는 한계가 있다. Dy는 위험을 제공하고, 결핍은 에너지 절약 모터 응용분야에서 사용될 수 있는 고온 성능 Nd-Fe-B 자석의 부족을 일으킨다.

[0009] 결정립계 공학을 위한 본 개시내용은 고성능은 유지시키고, 온도 저항성을 증가시키고, 생산 비용을 절감시키면서, Nd-Fe-B 생성물에서 Dy의 함량을 감소시킨다.

발명의 내용

[0010] 요약

본 공정은 예컨대, 입자 크기, 정렬, 밀도, 에너지곱(BH최대), 잔류 자기(Br), 및 보자력(iHc)의 원하는 조합과 같은, 특정 성능 특징을 가지는 Nd₂Fe₁₄B 영구 자석을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 예를 들어, 결정립계 공학(GBE) 공정은 개질된 결정립계가 풍부한 상을 포함하는 Nd-Fe-B 영구 자석을 생산하는 것을 포함할 수 있다. GBE 공정은 예컨대, 이전에 소비재에서 사용된 바 없었던 신규한 자성체로부터, 예컨대, 이전에 소비재에서 사용되었던 재활용 자성체로부터, 또는 그 둘 모두로부터 신규한 자석을 생성할 수 있다.

[0012] GBE 공정은 출발 자성체의 결정립계 상을 개질시키면서, 출발 자성체의 원(original) 결정립 상은 유지한다. 예를 들어, 신규 Nd₂Fe₁₄B 자석을 생성할 때, GBE 시스템은 출발 물질로부터 최종 자성 생성물 중 90 vol.% 이상의 Nd-Fe-B 2:14:1 상 결정립을 유지한다. GBE 시스템은 Nd가 풍부한 결정립계 상 모두 또는 실질적으로 그들 모두를 첨가제 물질로부터 제조된 신규 결정립계 상으로 대체할 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 최종 자성 생성물 중에서 약 90 내지 약 97 vol.%의 출발 결정립을 유지한다. 일부 예에서, GBE 시스템은 약 3 내지 약 12 vol.%의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 신규한 결정립계 상으로 대체한다.

[0013] 일반적으로, 본 명세서에 기술된 대상의 한 혁신적 양태는 자성 원소를 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 실행 단계, 용융된 합금으로부터 복수 개의 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 실행 단계, 주조 합금 박편으로부터 2:14:1 상 결정립 중 적어도 일부를 유지시키면서, 주조 합금 박편을 분쇄하여 제1 분말을 생성하는 실행 단계, 제1 분말 중 입자를 압착시키고, 정렬하여 제1 성형체를 생성하는 실행 단계, 제1 성형체를 소결시켜 소결 성형체를 생성하는 실행 단계, 소결 성형체로부터 2:14:1 상 결정립 중 적어도 일부를 유지시키면서, 소결 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 실행 단계, 제2 분말로부터 2:14:1 상 결정립 중 적어도 일부를 유지시키면서, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 실행 단계로서, 여기서, 희토류 물질 R은 i) Nd, ii) Pr, 또는 iii) Dy 중 적어도 하나, 적어도 2개, 또는 그들 3개 모두를 포함하고, 원소 첨가제 A는 i) Co, ii) Cu, 또는 iii) Fe 중 적어도 하나, 적어도 2개, 또는 그들 3개 모두를 포함하는 것인 실행 단계, 및 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 실행 단계를 포함하는 방법으로 구현될 수 있다. 본 양태의 다른 실시양태는, 각각이 본 방법의 실행

단계를 수행하도록 구성된 것인, 상응하는 컴퓨터 시스템, 장치, 및 하나 이상의 컴퓨터 저장 장치 상에 기록된 컴퓨터 프로그램을 포함한다. 하나 이상의 컴퓨터의 시스템은 소프트웨어, 펌웨어, 하드웨어, 또는 그의 조합을 시스템에 설치하여 작동시 시스템이 실행 단계를 실행하도록 함으로써 특정 작업 또는 실행 단계를 실행하도록 구성될 수 있다. 하나 이상의 컴퓨터 프로그램은, 데이터 프로세싱 장치에 의해 실행될 때, 장치가 실행 단계를 실행하도록 하는 명령어를 포함함으로써 특정 작업 또는 실행 단계를 실행하도록 설정될 수 있다.

[0014] 상기 및 다른 실시양태는 각각 임의적으로 하기 특징들 중 하나 이상의 것을 단독으로 또는 조합하여 포함할 수 있다. 용융된 합금으로부터 복수 개의 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 실행 단계는 용융된 합금으로부터 각각이 복수 개의 2:14:1 상 결정립을 포함하는 주조 합금 박편을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A는 함께 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.%일 수 있다.

[0015] 일부 실시에서, 소결 성형체를 단편화하는 것은 소결 성형체를 평균 입자 크기가 1 내지 4 μm 이 되도록 단편화시키는 것을 포함한다. 소결 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 것은 제2 분말로부터, 제2 분말 중 입자 분획 크기가 평균 입자 크기보다 더 큰 입자를 제거하여 Nd-Fe-B 자성 생성물 중 1.98at.% 미만의 산소 농도를 얻는 것을 포함한다. 소결 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 것은 소결 성형체를 단편화하여 평균 입자 크기가 약 1 μm 내지 약 2 mm 인 제2 분말을 형성하는 것을 포함할 수 있고, 본 방법은 제2 분말을 제2 분말을 단편화하여 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 4 μm 이 되도록 단편화시키고, 제2 분말을 균질화시키는 것을 추가로 포함한다. 제2 분말을 균질화시키는 것을 포함하고, 평균 입자 크기가 약 1 μm 내지 약 2 mm 인 것을 포함하는 제2 분말을 균질화시키고, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것을 포함할 수 있고, 그리고 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질화된 분말을 제조하는 것은 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 4 μm 인 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질화된 분말을 제조하는 것을 포함할 수 있다. 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 2 mm 인 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질화된 분말을 제조하는 것을 포함할 수 있고, 그리고 제2 분말을 균질화시키는 것은 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 4 μm 인 것을 포함하는 제2 분말을 균질화시키는 것을 포함할 수 있다.

[0016] 일부 실시에서, 소결 성형체를 단편화하여 제2 분말을 형성하는 것과 별개로 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 단편화하며, 여기서, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 제2 분말을 a) 단편화된 희토류 물질 R 및 b) 단편화된 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것을 포함한다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Co의 원자 비율은 3.098at.% 이하일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Cu의 원자 비율은 0.1849at.% 이하일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Fe 및 Co의 조합된 원자 비율은 약 76.3928 내지 약 83.1267at.%일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Fe 및 Co의 조합된 원자 비율은 77at.% 이하일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Nd, Pr, 및 Dy의 조합된 원자 비율은 소결 성형체 중 Nd, Pr, 및 Dy의 조합된 원자 비율보다 크거나, 또는 그와 같을 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Nd, Dy, 및 Pr의 조합된 원자 비율은 18at.% 이하일 수 있다.

[0017] 일부 실시에서, 제2 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 제2 분말 내에 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 균질하게 분포시키는 것을 포함하고, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 대체로 Nd-Fe-B 자성 생성물 내에서 2:14:1 상 결정립을 감싸도록 증가되는 희토류 물질 R의 농도 및 원소 첨가제 A의 농도를 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함한다. 본 방법은 소결 성형체로부터 제2 분말에 포함된 구형의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 포함하는 신규한 결정립계 상으로 대체하는 것을 포함할 수 있다.

[0018] 일부 실시에서, Nd-Fe-B 자성 생성물은 범위가 [7.3635, 11.1038](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Nd, 범위가 [76.3928, 80.0287](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Fe, 및 범위가 [5.7493, 6.4244](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 B를 포함한다. Nd-Fe-B 자성 생성물은 범위가 [0.09, 4.0](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 0, 및 범위가 [0.01, 1.0](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 C를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물은 범위가 [0.199, 4.0535](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Dy를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물은 범위가 [1.445, 3.6323](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Pr을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물은 범위가 [0, 3.098](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Co를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물은 범위가 [0.0508, 0.1849](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Cu를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 희토류 물질 R의 총량은 [12.66, 15.03](at.%(하한 및 상한 포함)) 범위일 수 있다.

[0019] 일부 실시에서, 희토류 물질 R은 i) 범위가 [6.1717, 11.8917](at.%(하한 및 상한 포함))인 양의 Nd, ii) 범위

가 [1.5495, 4.821](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Pr, 또는 iii) 범위가 [0.2132, 5.3753](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Dy 중 적어도 하나를 포함하고, 원소 첨가제 A는 i) 범위가 [0, 4.0948](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Co, ii) 범위가 [0.0545, 0.2445](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Cu, 또는 iii) 범위가 [81.1749, 85.867](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Fe 중 적어도 하나를 포함한다. 상기 범위는 비사용 자석 물질인지 또는 폐 자석 물질인지 여부와 상관 없이, 출발 자성체가 아닌, 오직 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A 와 관련된 것이다.

[0020] 일부 실시에서, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 잔류 자기 및 보자력이 적어도 소결 성형체와 동일한 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함한다. Nd-Fe-B 자성 생성물의 보자력은 소결 성형체의 보자력보다 약 0 내지 약 20% 더 클 수 있다. 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여, 최종 잔류 자기가 소결 성형체의 또 다른 잔류 자기의 약 97%이고, 최종 보자력이 소결 성형체의 또 다른 보자력보다 30% 이상 더 큰 것인, 최종 잔류 자기 및 최종 보자력을 가지는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여, 최종 잔류 자기가 소결 성형체의 또 다른 잔류 자기의 약 95%이고, 최종 보자력이 소결 성형체의 또 다른 보자력보다 80% 이상 더 큰 것인, 최종 잔류 자기 및 최종 보자력을 가지는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여, 최종 잔류 자기가 소결 성형체의 또 다른 잔류 자기보다 약 5% 더 크고, 최종 보자력이 소결 성형체의 또 다른 보자력과 적어도 동일한 것인, 최종 잔류 자기 및 최종 보자력을 가지는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다.

[0021] 일반적으로, 본 명세서에 기술된 대상의 한 혁신적 양태는 $Nd_{1-20}Dy_{1-60}Co_{1-60}Cu_{0.1-20}Fe_{0.5-90}$ at.%를 포함하는 화합물로 구현될 수 있다. 화합물은 $Nd_{7-14}Dy_{30-50}Co_{28-45}Cu_{1-10}Fe_{1-10}$ at.%일 수 있다. 화합물은 $Nd_{8.5-12.5}Dy_{35-45}Co_{32-41}Cu_{3-6.5}Fe_{1.5-5}$ at.%일 수 있다. 화합물은 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%일 수 있다. 화합물은 0.12at.% 미만의 산소, 0.0058at.% 미만의 탄소, 또는 이 둘 모두를 포함할 수 있다. 일부 예에서, 화합물은 0.00009 내지 0.18at.%의 산소, 또는 0.028 내지 0.1at.%의 산소를 포함할 수 있다. 일부 예에서, 화합물은 0.0001 내지 0.09at.%의 탄소, 또는 0.0058 내지 0.009at.%의 탄소를 포함할 수 있다.

[0022] 일부 실시에서, 화합물은 본질적으로 언급되는 화학식으로 이루어질 수 있다. 예를 들어, 화합물은 본질적으로 $Nd_{1-20}Dy_{1-60}Co_{1-60}Cu_{0.1-20}Fe_{0.5-90}$ at.%, $Nd_{7-14}Dy_{30-50}Co_{28-45}Cu_{1-10}Fe_{1-10}$ at.%, $Nd_{8.5-12.5}Dy_{35-45}Co_{32-41}Cu_{3-6.5}Fe_{1.5-5}$ at.%, 또는 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%로 이루어질 수 있다. 화합물은 0.12at.% 미만의 산소, 0.0058at.% 미만의 탄소, 또는 이 둘 모두를 포함할 수 있다. 일부 예에서, 화합물은 0.00009 내지 0.18at.%의 산소, 또는 0.028 내지 0.1at.%의 산소를 포함할 수 있다. 일부 예에서, 화합물은 0.0001 내지 0.09at.%의 탄소, 또는 0.0058 내지 0.009at.%의 탄소를 포함할 수 있다.

[0023] 일반적으로, 본 명세서에 기술된 대상의 한 혁신적 양태는 i) 범위가 [6.1717 이상, 11.8917](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Nd, ii) Pr 범위가 [1.5495, 4.821](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Pr, 또는 iii) 범위가 [0.2132, 5.3753](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Dy, 및 범위가 [0, 4.0948](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Co, 범위가 [0.0545, 0.2445](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Cu, 및 범위가 [81.1749, 85.867](at.%) (하한 및 상한 포함)인 양의 Fe 중 적어도 하나를 포함하는 화합물로 구현될 수 있다. 화합물은 범위가 [13.236, 16.407]at.% (하한 및 상한 포함)인 Nd, Pr, 및 Dy의 조합을 포함할 수 있다. 화합물은 적어도 Nd 및 Dy, 둘 모두를 포함할 수 있다. 화합물은 적어도 Nd 및 Pr, 둘 모두를 포함할 수 있다. 화합물은 Nd를 포함할 수 있다. 화합물은 0.00009 내지 0.18at.%의 산소(0)를 포함할 수 있다. 화합물은 0.028 내지 0.1at.%의 산소(0)를 포함할 수 있다. 화합물은 0.0001 내지 0.09at.%의 탄소(C)를 포함할 수 있다. 화합물은 0.0058 내지 0.009at.%의 탄소(C)를 포함할 수 있다.

[0024] 일반적으로, 본 명세서에 기술된 대상의 한 혁신적 양태는 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 실행 단계, 및 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 실행 단계를 포함하는 방법으로 구현될 수 있다. 본 양태의 다른 실시양태는, 각각이 본 방법의 실행 단계를 실행하도록 구성된 것인, 상응하는 컴퓨터 시스템, 장치, 및 하나 이상의 컴퓨터 저장 장치 상에 기록된 컴퓨터 프로그램을 포함한다. 하나 이상의 컴퓨터의 시스템은 소프트웨어, 펌웨어, 하드웨어, 또는 그의 조합을 시스템에 설치하여 작동시 시스템이 실행 단계를 실행하도록 함으로써 특정 작업 또는 실행 단계를 실행하도록 구성될

수 있다. 하나 이상의 컴퓨터 프로그램은, 데이터 프로세싱 장치에 의해 실행될 때, 장치가 실행 단계를 실행하도록 하는 명령어를 포함함으로써 특정 작업 또는 실행 단계를 실행하도록 구성될 수 있다.

[0025] 일반적으로, 본 명세서에 기술된 대상의 한 혁신적 양태는 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 실행 단계, 및 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액체를 생성하는 실행 단계를 포함하는 방법으로 구현될 수 있다. 본 양태의 다른 실시양태는, 각각이 본 방법의 실행 단계를 실행하도록 구성된 것인, 상용하는 컴퓨터 시스템, 장치, 및 하나 이상의 컴퓨터 저장 장치 상에 기록된 컴퓨터 프로그램을 포함한다. 하나 이상의 컴퓨터의 시스템은 소프트웨어, 펌웨어, 하드웨어, 또는 그의 조합을 시스템에 설치하여 작동시 시스템이 실행 단계를 실행하도록 함으로써 특정 작업 또는 실행 단계를 실행하도록 구성될 수 있다. 하나 이상의 컴퓨터 프로그램은, 데이터 프로세싱 장치에 의해 실행될 때, 장치가 실행 단계를 실행하도록 하는 명령어를 포함함으로써 특정 작업 또는 실행 단계를 실행하도록 구성될 수 있다.

[0026] 상기 및 다른 실시양태는 각각 임의적으로 하기 특징들 중 하나 이상의 것을 단독으로 또는 조합하여 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 유도 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 아크 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것은 용융된 합금을 냉각시켜 잉곳을 생성하고, 잉곳을 재용융시켜 제2 용융된 합금을 제조하고, 제2 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것을 포함할 수 있다.

[0027] 일부 실시에서, 본 방법은 용융된 합금을 아르곤 페징을 사용하여 교반함으로써 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융된 합금 전반에 걸쳐 균질하게 분포시키는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 불활성 분위기에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 불활성 분위기에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 환원제를 포함하는 불활성 분위기에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시키는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 1.5 내지 1.8 bar인 압력에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다.

[0028] 일부 실시에서, Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 진공 유도를 사용하여 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함한다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 1,450°C에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함한다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 알루미나 도가니에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 지르코늄 도가니에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 구리 도가니에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다.

[0029] 일부 실시에서, Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 고밀도 도가니에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 고순도 도가니에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함할 수 있다.

[0030] 일부 실시에서, Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Nd를 용융시키는 것을 포함한다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Dy를 용융시키는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Nd 및 Dy를 용융시키는 것을 포함할 수 있다. Cu,

Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Pr을 용융시키는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Tb를 용융시키는 것을 포함할 수 있다. Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 Pr 및 Tb를 용융시키는 것을 포함할 수 있다.

[0031] 일부 실시에서, Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것은 도가니에서 Cu, Co, 및 Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 용융시켜 용융된 합금을 생성하는 것을 포함하고, 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것은 용융된 합금을 도가니에서 냉각시키는 것을 포함한다. 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것은 용융된 합금을 수냉각 훈에 주입하여 주조 합금 박편을 생성하는 것을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 용융된 합금을 수냉각 훈에 주입하여 주조 합금 박편을 생성하는 것은 용융된 합금을 구리 수냉각 훈에 주입하여 주조 합금 박편을 생성하는 것을 포함할 수 있다.

[0032] 일부 실시에서, 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것은 10^5 켈빈/초인 비율로 용융된 합금을 냉각시키는 것을 포함한다. 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것은 10 내지 100 켈빈/초인 비율로 용융된 합금을 냉각시키는 것을 포함할 수 있다. 용융된 합금을 냉각시켜 주조 합금 박편을 생성하는 것은 10^{-1} bar 초파의 압력으로 전공에서 용융된 합금을 냉각시키는 것을 포함할 수 있다.

[0033] 일부 실시에서, 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 화합물 액적을 생성하였을 때, 용융된 합금으로부터 약 2wt.% 미만의 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것을 제거하는 것을 포함한다. 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 산소 농도가 최대 0.04wt.%이거나, 탄소 농도가 0.0058at.% 미만이거나, 또는 그 둘 모두인 화합물 액적을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 일부 예에서, 화합물 액적은 0.00009 내지 0.18at.%의 산소, 또는 0.028 내지 0.1at.%의 산소를 포함할 수 있다. 일부 예에서, 화합물 액적은 0.0001 내지 0.09at.%의 탄소, 또는 0.0058 내지 0.009at.%의 탄소를 포함할 수 있다. 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 용융된 합금을 불활성 가스 분사를 이용하여 단편화시키는 것을 포함할 수 있다. 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 용융된 합금을 500 m/s 속도로 가스 분사를 이용하여 단편화시키는 것을 포함할 수 있다.

[0034] 일부 실시에서, 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 용융된 합금을 0.18 내지 0.58 MPa의 압력으로 가스 분사를 이용하여 단편화시키는 것을 포함한다. 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 평균 직경이 140 내지 180 μm 인 화합물 액적을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 용융된 합금을 분사 분무 장치를 사용하여 고속 가스 분사로 단편화시켜 Cu, Co, Fe, 및 Nd, Pr, Dy, 또는 Tb 중 하나 이상의 것으로부터 형성된 화합물 액적을 생성하는 것은 밀도가 8.08 g/cm³인 화합물 액적을 생성하는 것을 포함할 수 있다.

[0035] 본 명세서에 기술된 대상은 특정 실시양태로 실행될 수 있고, 이를 통해 하기 이점들 중 하나 이상의 것을 얻을 수 있다. 일부 실시에서, 본 공정은 에너지 소비가 낮고, 물질 소비가 낮다. 일부 실시에서, 결정립계 공학(GBE)은 최종 생성물인 완전 조밀한 Nd-Fe-B 소결 자석의 자성 성능 및 제품 가치는 감소시키지 않으면서, 경제적 및/또는 환경상 비용을 절감시킬 수 있다. 일부 실시에서, GBE Nd-Fe-B 자석 생성물은 향상된 성능, 예컨대, 고온 성능, 예컨대, 최대 200°C에서의 성능을 가질 수 있다. 일부 실시에서, GBE는 처리되는 자석의 두께에는 제한을 두지 않을 수 있고, 예컨대, 다른 형태의 자석 처리와 비교하였을 때, 소결 자석 완전체 전반에 걸쳐 첨가제 물질이 균질하게 분포될 수 있게 할 수 있다. 일부 실시에서, GBE는 예컨대, 자성 물질에 첨가되는 도편트 물질의 양을 제어할 수 있다. 일부 실시에서, GBE는 고객의 요구 사항을 충족시킬 수 있도록 자성 성능을 정확하게 적합화시킬 수 있다. 일부 실시에서, GBE는 최종 소결 자석, 예컨대, Nd₂Fe₁₄B₁의 원 결정립 상, 예컨대, 2:14:1 상은 유지시키면서, 소결 자석의 성능을 향상시키기 위해 소결 자석에 첨가제 물질을 정확하게 첨가할 수 있다. 예를 들어, 최종 소결 자석은 결정립 상, 예컨대, 2:14:1 상에 임의의 첨가제 물질을 포함하지 않을

수 있다.

[0036] 일부 실시에서, GBE 개질에 의해 제조된 최종 소결 자석은 향상된 물질 부식 특성을 가질 수 있다. 일부 예에서, GBE 개질 공정은 다른 자석 처리 기술과 비교하여, 향상된 처리 방법, 결정립계 특징 제어, 균질한 혼합, 조성물 및 미세구조 제어, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 조합을 가진다. 예를 들어, GBE 개질 공정은 초기 소결 자석의 미세구조를 조작하여 자성 특성이 향상된 최종 소결 자석을 생성할 수 있다. GBE 시스템은 최종 소결 자석의 미세구조, 예를 들어, 결정립 또는 도메인 크기를 제어하여 내식성 및 자성 성능을 증강시킬 수 있다. GBE 공정은 결정립 매트릭스, 예컨대, Nd₂Fe₁₄B 매트릭스 내의 신규 결정립계, 예컨대, Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.%의 생성을 제어할 수 있고, 이는 Nd-Fe-B 소결 자성체 또는 재활용 자성체의 부식 안정성을 향상시킬 수 있다. 일부 실시에서, GBE 시스템은 자성 성능이 향상되거나, 입간 분해 저항성을 띠거나, 내식성이 향상되거나, 또는 이들 중 둘 이상의 성질을 띠는 최종 소결 자석을 생성한다. GBE 시스템은 재활용 자성체, 오직 버진 자성체로부터만 최종 소결 자석을 생성하는 데, 예컨대, 주조 합금 박편 및 희토류 전이 원소 첨가제 물질, 또는 그 둘 모두의 조합을 생성하는 데 사용될 수 있다.

[0037] 본 명세서의 대상의 하나 이상의 실시양태에 관한 상세한 설명은 하기 첨부된 도면 및 설명에 기술되어 있다. 대상의 다른 특징, 양태, 및 이점은 상세한 설명, 도면 및 특허청구범위로부터 자명해질 것이다.

도면의 간단한 설명

[0038] 도 1a-b는 결정립계 공학 공정의 예를 보여주는 것이다.

도 2는 수소 혼합 반응기의 예를 보여주는 것이다.

도 3a-e는 반응 챔버 안으로 및 밖으로의 반응 병의 수송을 허용하는 캐리지 상에 배치될 수 있는 반응 병을 보여주는 것이다.

도 3f-g는 한 쌍의 반응 챔버를 포함하는 또 다른 수소 혼합 반응기의 예를 보여주는 것이다.

도 3h 및 3j는 반응 챔버 안으로 및 밖으로의 반응 병의 수송을 허용하는 캐리지 상에 배치될 수 있는 반응 병을 보여주는 것이다.

도 3k는 저장 용기의 예를 보여주는 것이다.

도 4는 출발 물질에 대한 특성 범위의 예를 보여주는 그래프이다.

도 5는 좌측 칼럼에 제시된 원재료의 조성을, 우측 칼럼에 제시된 자석 완제품과 비교하는 다이어그램이다.

도 6-8은 결정립계 공학을 사용하여 처리된 자석의 예시적인 특성들을 보여주는 그래프이다.

도 9는 결정립계 공학 기술을 적용하는 공정의 예이다.

도 10은 분사 분무 장치의 예이다.

도 11은 GBE 최종 자석과 다른 Nd-Fe-B 자석의 내식성을 비교하는 그래프를 보여주는 것이다.

도 12a-b는 출발 자석 및 최종 자석에 대한 잔류 자기 가역적 손실 α 를 보여주는 것이다.

도 13a-b는 출발 자석 및 최종 자석에 대한 보자력 가역적 손실 β 를 보여주는 것이다.

도 14는 최종 자석의 예시적인 특성에 관한 그래프를 보여주는 것이다.

도 15는 폐 소결 자석 및 재활용 자석의 자성 특성에 관한 일부 예를 보여주는 것이다.

도 16은 GBE 공정을 사용하여 처리되지 않은 자석의 자기 소거 곡선의 예를 보여주는 것이다.

도 17은 GBE 공정을 사용하여 처리된 자석의 자기 소거 곡선의 예를 보여주는 것이다.

도 18은 본 문서에 기술된 컴퓨터 실시 방법과 관련하여 사용될 수 있는 컴퓨팅 시스템의 블록 다이어그램이다.

다양한 도면에서 유사 참조 번호 및 명칭은 유사 요소를 포함한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0039] 본 공정은 예컨대, 입자 크기, 정렬, 밀도, 에너지곱(BH최대), 잔류 자기(Br), 및 보자력(iHc)의 원하는 조합과

같은, 구체적인 성능 특징을 가지는 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 영구 자석을 생성하는 것을 포함할 수 있다. 예를 들어, 결정립계 공학(GBE) 공정은 개질된 결정립계가 풍부한 상을 포함하는 Nd-Fe-B 영구 자석을 생산하는 것을 포함할 수 있다. GBE 공정은 예컨대, 이전에 소비재에서 사용된 바 없었던 신규한 자성체로부터, 예컨대, 이전에 소비재에서 사용되었던 재활용 자성체로부터, 또는 그 둘 모두로부터 신규한 자석을 생성할 수 있다. GBE 공정은 또한 결정립계 개질(GBM: Grain Boundary Modification) 공정으로도 지칭될 수 있다.

[0040] 하기에서 더욱 상세하게 기술하는 바와 같이, GBE 공정은 출발 자성체의 결정립계 상을 개질시키면서, 출발 자성체의 원 결정립 상은 유지한다. 예를 들어, 신규한 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 자석을 생성할 때, GBE 시스템은 출발 물질로부터 최종 자성 생성물 중 90 vol.% 이상의 Nd-Fe-B 2:14:1 상 결정립을 유지한다. GBE 시스템은 Nd가 풍부한 결정립계 상 모두 또는 실질적으로 그들 모두를 첨가제 물질로부터 제조된 신규한 결정립계 상으로 대체할 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 최종 자성 생성물 중에서 약 90 내지 약 99.9 vol.%의 출발 물질, 예컨대, 2:14:1 상 결정립 및 결정립계 상을 유지하고, 바람직하게, 약 92 내지 약 99.75 vol.%의 출발 물질이 최종 자성 생성물 중에 포함되고, 예컨대, 최종 자성 생성물 중 0.25 내지 8at.%는 첨가제 물질이다. 일부 예에서, GBE 시스템은 약 90 내지 약 97 vol.%의 출발 물질을 유지한다. 일부 예에서, GBE 시스템은 약 3 내지 약 12 vol.%의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 신규한 결정립계 상으로 대체한다. 예를 들어, GBE 시스템은 Br이 1.48 내지 1.55 T이고, iHc가 800 내지 1,000 kA/m인 자석을 위해 3 내지 4.8 vol.%의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체할 수 있거나, Br이 1.31 내지 1.38 T이고, iHc가 1,300 내지 1,700 kA/m인 자석을 위해 6 내지 7.2 vol.%의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체할 수 있거나, Br이 1.18 내지 1.26 T이고, iHc가 1,800 내지 2,500 kA/m인 자석을 위해 9 내지 12 vol.%의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체할 수 있다(상기의 상한 및 하한 값 모두 포함(all values inclusive)).

[0041] 일부 실시에서, GBE 시스템은 아르곤 분위기하에 약 1,455°C에서 합금 및 순수한 원소, 예컨대, Nd-Pr, Fe-B 및 Fe를 용융시킬 수 있다. 일부 예시적인 합금은 하기 원소 (i) Nd, Pr, Fe, FeB, 및 B; (ii) Nd, Fe, Co, Cu, 및 Dy, 또는 (iii) Nd, Fe, Co, Cu, Dy를 포함할 수 있고, 조성비는 Nd 75: Pr 25이고, 조성비는 Dy 80:Fe 20 및 Pr이다. 일부 예에서, 상기 원소들 중 하나 이상의 것은 다른 원소로 이루어진 합금과 조합될 수 있다.

[0042] GBE 시스템은 약 35분당 회전수(RPM: rotations per minute)로 회전하는 수냉각 구리 훈에 용융된 합금을 주입하여 주조 합금 박편을 형성한다. 주조 합금 박편의 두께는 약 0.2 mm일 수 있다. 주조 합금 박편의 결정립 크기의 범위는 약 5 μm 내지 약 80 μm 일 수 있다. 일부 예에서, 폐 자석 물질, 예컨대, 다른 자석 생성으로부터 남은 폐 자성체 또한 주조 합금 박편을 형성하는 데 사용될 수 있다.

[0043] GBE 시스템은 예컨대, 제트 밀링 공정을 사용하여 주조 합금 박편을 분쇄하여 크기가 약 0.9 μm 내지 약 15 μm 인 입자를 포함하는 미세 분말을 생성한다. GBE 시스템은 400 kA/m 내지 1,200 kA/m 내지 범위의 자기장에서 불활성 분위기하에 약 5°C 내지 약 15°C에서 미세 분말을 압착시켜 직사각형 성형체를 생성한다. GBE 시스템은 자기장에 수직 방향으로 미세 분말에 압력을 가할 수 있다. 직사각형 성형체는 길이가 약 35 mm, 너비가 약 37 mm, 및 높이가 약 40 mm일 수 있다.

[0044] GBE 시스템은 약 1,070°C에서 직사각형 성형체를 소결시켜 소결 성형체, 예컨대, Nd-Fe-B 소결된 블록을 생성한다. 이어서, 소결 성형체, 또는 다른 소결 Nd-Fe-B 자석 성형체를 결정립계 공학 공정을 사용하여 GBE 시스템에 의해 처리하여 예컨대, Nd-Fe-B 자석과 같은 Nd-Fe-B 소결된 블록의 오직 회토류만이 풍부한 상을 개질시킨다. 예를 들어, GBE 시스템은 Nd-Fe-B 소결된 블록의 Nd가 풍부한 결정립계 상을 개질시킨다.

[0045] 예를 들어, GBE 시스템은 Nd-Fe-B계 소결된 블록을 혼합 반응기로 이송시키고, 첨가제 물질, 예컨대, Nd-Pr 또는 Nd-Dy-Co-Cu-Fe 또는 Nd-Dy를 혼합 반응기에 배치한다.

[0046] GBE 시스템은 몇 가지 예를 들자면, 불활성 분위기 또는 수소 분위기에서 소결된 블록으로부터 생성된 분말을 첨가제 물질과 혼합할 수 있다. 수소 분위기에서 혼합할 때, GBE 시스템은 5 RPM으로 15시간 이상 동안 분말 및 첨가제 물질을 혼합할 수 있다. 일부 예에서, 도 1a에 제시된 바와 같이, GBE 시스템은 발산 공정, 예컨대, 수소 발산 공정을 사용하여 미세 분말을 생성한다. GBE 시스템은 임의의 적절한 방법을 사용하여 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 자석 (10) 중 2:14:1 상 결정립 (20)을 Nd가 풍부한 결정립계 상 (30)으로부터, 또는 유사하게, 상기 상 결정립을 또 다른 유형의 자성체의 결정립계 상으로부터 분리할 수 있다.

[0047] 일부 예에서, 혼합은 조립자 혼합 및 세립자 혼합, 둘 모두를 포함할 수 있다. 예를 들어, 조립자 혼합은 평균 크기가 1 μm 내지 2,000 mm인 입자를 소결된 블록으로부터 생성할 수 있다. 조립자 혼합 단계는 0.9 bar인 압력

의 수소를 허용하기 이전에 혼합 반응기를 진공 배기화하는 것을 포함할 수 있다.

[0048] 혼합 후, GBE 시스템은 소결된 블록 및 첨가제 물질로부터 형성된, 조합된 분말을 실온에서 수소에 노출시켜 상기 조합된 분말이 수소를 흡수할 수 있게 한다. 이어서, GBE 시스템은, 혼합 반응기에서 진공이 복원될 때까지, 계내에서 600°C 하에 조합된 분말에서 부분적으로 가스를 제거하여 진공으로 만든다. 예를 들어, 처리 동안, GBE 시스템은 Nd가 풍부한 결정립계 상이 수소와 반응하지 않도록 그를 산화시킬 수 있다. GBE 시스템은 Nd가 풍부한 결정립계 상 물질을 체질하여 Nd-Fe-B 결정립으로부터 Nd가 풍부한 결정립계 상 물질을 제거할 수 있다.

[0049] 이어서, GBE 시스템은 제트 밀링을 사용하여 조합된 분말을 추가로 균질화하여 0.9 내지 3.5 μm 인 대략적인 미세 분말 입자 크기를 얻는다. 이어서, GBE 시스템은 조합된 미세 분말을 체질하여 큰 산화된 입자를 제거할 수 있다. 상기 체질은 Nd가 풍부한 결정립계 상 물질을 제거할 수 있거나, 또는 별개의 체질 공정일 수 있다.

[0050] GBE 시스템은 불활성 분위기하에 자기장에서 5-15°C에서 조합된 미세 분말을 압축 성형하여 자기화된 압분 성형체를 형성할 수 있다. GBE 시스템은 압분 성형체를 유압 챔버로 이송시켜 압분 성형체에 60 MPa의 등방 정수압을 가할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 예컨대, 소결 및 어닐링 후, 소결된 생성물의 최종 밀도가 확실히 이론치, 예컨대, 4.5 g/cm³ 초과인 이론치에 근접하도록 하기 위해 유압 챔버에서 압분 성형체를 압착시킬 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은, 예컨대, 자기장에서 형성된 자기화된 압분 성형체의 밀도가 4.5 g/cm³을 초과할 경우, 유압 챔버에서 압분 성형체를 압착시키지 않고, 자기장에서 조합된 미세 분말을 압축 성형시킬 수 있다.

[0051] GBE 시스템은 진공하에서, 예컨대, 소결 챔버에서 압분 성형체를 소결시키고, 어닐링할 수 있다. 일단 소결 온도에 도달하고 나면, 소결 챔버 중의 Ar 분압을 200-500 mbar인 절대 압력으로 조정할 수 있다. 예를 들어, 예컨대, 최대 소결 온도에서 약 20분 경과 후, Ar의 도입은 소결체, 예컨대, 완전 조밀한 소결 자석의 전밀도에 도달하도록 하는 데 소결 공정에 도움을 줄 수 있다.

[0052] 일부 실시에서, GBE 처리의 결과는 예컨대, 도 1b에 제시된 바와 같은, 개질된 결정립계 (50)를 가지는 완전 조밀한 Nd-Fe-B 소결 자석 (40)이며, 여기서, GBE 시스템은 완전 조밀한 소결 자석 중의 도핑된 물질 또는 첨가제 물질의 양을 제어할 수 있다. GBE 공정은 소결 자석의 자성 성능을 적합화시킬 수 있는 방법으로서, 재현가능하고, 정확한 방법일 수 있고, 중희토류 원소, 예컨대, Dy, Tb 등의 유의적으로 감소시킬 수 있고, 완전 조밀한 소결 자석의 완전체 전반에 걸쳐, 예컨대, 개질된 결정립계 (50) 전반에 걸쳐 첨가제 물질을 균질하게 분포시킬 수 있고, 예컨대, 고객의 요구 사항에 따른 맞춤형 미세구조 디자인을 제공할 수 있다.

[0053] 신규한 Nd-Fe-B 생성물 (40)은 향상된 온도 저항성(보자력, iHc), 온도 프로파일, 및 내식성을 나타낼 수 있다. GBE 방법은 디스프로슘(Dy) 물질 유입 요구량을 감소시킬 수 있고, 기본 운영비를 절감시킬 수 있다. GBE 공정은 81-99.9at.%의 자성체 및/또는 자석, 및 0.1-19at.%의 희토류 원소 첨가제를 조합할 수 있다. GBE 공정은 자성 성능 복원 및 향상에 대하여 높은 친연성을 가질 수 있다. 일부 실시는 희토류 공급 위험 및 최종 사용자의 희토류 가격 변동성에 대한 취약성을 완화시킬 수 있거나, 더욱 오랫동안 지속가능한 자석 공급 체인을 형성하는 데 있어 중요한 역할을 할 수 있거나, 또는 상기 중 임의의 둘 이상의 것의 조합을 수행할 수 있다. 일부 실시에서, 물질 유입 요구 비용은 더 적은 Dy 물질 유입량을 사용함으로써 절감된다. 물질, 폐기물, 오염, 및 에너지면에 있어서 자원 요구량은 이익과 함께 감소될 수 있다.

[0054] GBE 방법은 산소 억제 방법을 사용할 수 있다. 예를 들어, 결정립계 공학을 사용하여 제조된 Nd-Fe-B 소결 자석은 1.98at.% 이하, 또는 1.32at.% 내지 1.98at% (1.32at.% 및 1.98at.% 포함)인 산소 함량을 가질 수 있다. 결정립계 공학을 사용하여 제조된 Nd-Fe-B 소결 자석 중의 산소 함량의 원자 비율(%)에 관한 예로는 1.00at.%, 1.10at.%, 1.32at.%, 1.33at.%, 1.49at.%, 1.51at.%, 1.74at.%, 1.81at.%, 1.83at.%, 1.91at.%, 및 1.98at.%를 포함한다.

[0055] 방법은 출발 물질의 0.1 내지 19at.%인 범위로 신규한 희토류 물질을 첨가하는 것을 포함할 수 있다. 일부 실시에 대한 추가의 상세한 설명 및 임의적인 특징은 구체적인 표적화된 Nd-Fe-B 자석 성능 특징을 유지, 향상 및/또는 제공하는 작동을 포함한다. 상기 성능 특징은 입자 크기, 정렬, 밀도, 에너지곱(BH최대), 잔류 자기(Br), 및 보자력(iHc)의 원하는 조합을 포함할 수 있다.

[0056] 혼합 상에서, 물질은 첨가제와 혼합되어 완제품으로 원하는 최종 특성을 달성하게 된다. 혼합 공정은 물질을 조립질 분말로 파괴시키기 위해 크러싱, 그라인딩, 밀링, 또는 수소 사용을 포함할 수 있다. 일부 실시에서, 자석, 예컨대, Nd-Fe-B 또는 Sm₂Co₁₇ 유형의 자석을 수소 혼합 반응기를 사용하여 분말로 처리하고, 보자력을 향상시키기 위해 분말 물질을 계내에서 첨가제와 혼합한다.

- [0057] 혼합 공정은 밀링, 커팅, 고에너지 볼 밀링, 롤러 밀링, 소잉, 제트 밀링, 텀블링, 진탕, 조 크러싱(jaw crushing), 및 수소 혼합을 포함한다. 일부 실시에서, 수소 혼합은 출발 물질 및 신규한 희토류 원소 첨가제를 균질화하는 공정이다. 수소 혼합 공정에서, 수소는 ϕ 상, 예컨대, $Nd_2Fe_{14}B$, 및 자석의 희토류가 풍부한 결정립계로 유입되어 희토류 원소와 반응하여 하이드라이드를 형성하고, 여기서, 수소는 결정질 구조에 포획된다. 결정 구조는 수소 흡수 및 하이드라이드 형성 결과로서 확장되고, 파괴에 대하여 취성을 띠는 구조가 된다. 본 결과는 혼합에 효과적일 수 있고, 동시에, 물질 및 첨가제를 단편화하는 데에도 효과적일 수 있다.
- [0058] 본원에서 사용되는 바, "단편화"라는 용어는 기계적, 화학적, 열적, 방사성, 또는 그의 조합을 비롯한 임의의 적합한 공정을 포함하는, 임의 유형의, 고체 물질 분할로서 이해된다. 단편화 정도는 조립 분할에서부터 미세 분말로 완전하게 봉해시키는 것까지에 이르 수 있다.
- [0059] 필수 희토류 원소 첨가제와 함께, 수소 혼합 반응기를 사용하여 원하는 미세 분말 및 불순물 무함유 분말 혼합물을 제조하는 계내 제조 및/또는 신규한 원소의 하이드라이드 첨가물은 Nd-Fe-B 유형의 소결 자성 물질로부터 자성 성능을 향상시키는 데 효과적일 수 있다. 0.1wt.%-19wt.%, 바람직하게는, 1%의 첨가 원소 첨가제를 첨가하는 것은 자성체의 자성 성능, 및 물리적 특성, 예컨대, 밀도 또는 내식성을 향상시키기 위해 포함될 수 있다. $Pr_{75}Nd_{25}H_x$ (여기서, x 범위는 1 내지 3 몰분율이다)를 비롯한 희토류의 조립질 분말 혼합물을 생성하기 위해 첨가물 및 자성체를 수소 혼합 반응기에 장입할 수 있다.
- [0060] 도 2는 자성체, 예컨대, 소결 자석을 입자로 파괴하고, 입자를 혼합하는 수소 혼합 반응기의 예를 보여주는 것이다. 자성체는 폐 자성체, 수명 만료 제품으로부터의 자성체, 또는 새로 생성된 자성체, 예컨대, 소비재에서 사용된 바 없었던 것일 수 있다. 일부 예에서, 자성체는 재활용 자성체로부터 생성된, 새로 형성된 소결 자석으로부터의 것일 수 있다.
- [0061] 일부 실시에서, 수소 혼합 반응기는 원소 첨가제를 입자와 혼합한다. 수소 혼합 반응기는 표적 평균 직경이 약 1 μm 내지 약 2 mm, 또는 약 4 내지 약 7 μm 인 입자를 생성할 수 있다. 수소 혼합 반응기는 혼합 챔버 (122), (124)에 각각 배치된 2개의 베슬 (102), (104)를 포함하는데, 이들은 각각, 자성체를 수용하고, 이너 라이닝 (110) 내에서의 개구를 통한 자성체 주변의 가스 순환을 촉진시키는 이너 라이닝 (110)을 가진다.
- [0062] 베슬 (102), (104) 중 하나가 희토류 물질을 함유하고 있으면서, 그를 수소 가스로 충전시키면, 수소 혼합에 기인하여 자성체의 단편화가 일어난다. 수소 가스에의 노출은 약 1 내지 40시간 동안 지속될 수 있다. 노출은 더 짧은 기간 또는 더 긴 기간 동안 진행될 수 있고, 압력 및 온도는 공정 조작 요건, 표적 미립자 크기를 달성하는 데 사용되는 다른 처리 단계, 표적 균질 혼합물을 달성하는 데 사용되는 다른 처리 단계, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 임의 조합에 기초하여 선택될 수 있다.
- [0063] 수소 혼합이 확실하게 반응기 베슬 (102), (104)에서 자석을 파괴시킬 수 있도록 하기 위해, 및 확실하게 입자 성 물질의 충돌이 자성체 중 일부의 수소 가스에의 노출을 막지 못하게 하기 위해, 개구가 있는 확산 촉진 장치 (112), 예컨대, 스노클 또는 파이프가 사용될 수 있다. 예컨대, 교반기, 팬, 또는 가스 공급 장치와 같은 순환 촉진기(제시하지 않음)는 베슬 (102), (104)에서의 수소 가스 흐름을 촉진시키는 데 도움을 줄 수 있다. 이너 라이닝 (110)의 개구를 통해 낙하하는 자성체는 각 베슬 (102), (104) 하단에 위치하는 교반기에 의해 교반될 수 있다.
- [0064] 제거 가능한 리드 (114)는 자성체를 베슬 (102), (104) 내로 도입하기 위해 장착될 수 있다. 예를 들어, 자성체는 도 2에 제시된 바와 같이, 베슬 (102), (104)에 배치될 수 있다. 제어식 환경하에서, 또는 환경을 제어하지 않고, 자성체를 컨베이어 또는 수동으로 이너 라이닝 (110) 내로 이송시킬 수 있다. 소량의 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 이너 라이닝 (110)에 첨가하여 자석으로부터 제조되는 최종 생성물의 특성이 미리 정의된 세목인 잔류 자기, 에너지곱, 및/또는 보자력을 가지도록 할 수 있다. 일부 예에서, 최종 생성물의 특성을 조정하기 위해 혼합 이후에 크러싱된 자성체에 첨가제를 첨가할 수 있다. 첨가제 물질의 일부 예로는 Nd, Pr, Dy, Gd, Tb, La, Ce, Yb, Ho, 또는 Eu, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 조합을 포함할 수 있다.
- [0065] 베슬 (102), (104)는 미리 정의된 압력을 견뎌낼 수 있다. 예를 들어, 수소 혼합 반응기는 진공 펌프를 포함할 수 있다. 일부 실시에서, 압력은 최대 60 bar까지 증가시킬 수 있다. 베슬 (102), (104)는 또한 더 낮은 압력도 견뎌낼 수 있다. 베슬 (102), (104)는 자동 온도 조절식 히터 (116) 및 압력 조절 제어 장치를 가질 수 있다.
- [0066] 수소 혼합 반응기는 펌핑 어셈블리 (128) 및 밸브 어셈블리 (133)를 통해 수소 또는 다른 가스를 베슬 (102), (104) 내로 도입하는 가스 공급원 연결부 (138)을 포함한다. 베슬 (102), (104)에서의 자성체의 완전한 용적 관

류가 확실하게 이루어질 수 있도록 하기 위해 펌핑 어셈블리 (128), 밸브 어셈블리 (133), 가스 관리 컴포넌트 (144), 또는 상기 중 둘 이상의 것의 조합이 확산 촉진 장치 (112) 내로 직접 가스를 공급할 수 있다. 일부 예에서, 펌핑 어셈블리 (128) 및 밸브 어셈블리 (133)은 베슬 (102), (104)에 연결될 수 있고, 이로써, 예컨대, 가스를 제거하여 진공으로 만들기 위해 또는 가스의 1차 장입을 위해 베슬 (102), (104)를 진공 펌프 진공 배기화하거나, 예컨대, 수소 가스를 재생하기 위해 가스를 한쪽 베슬에서 나머지 다른 한쪽 베슬로 펌핑할 수 있거나, 예컨대, 외부 대기로 연결된 주변 연결부 (132)를 사용하여 대기로 배출시킬 수 있거나, 베슬 (102), (104)에 압력을 가할 수 있거나, 베슬 (102), (104) 중 하나 또는 그 둘 모두를 불활성 가스로 다시 충전시킬 수 있거나, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 조합을 이를 수 있다. 수소 혼합 공정, 및 베슬 (102), (104) 사이의 수소 이송을 자동화시키기 위해 제어 장치 (140)가 밸브 어셈블리 (133), 및 펌프 어셈블리 (128)에 연결될 수 있다.

[0067] 수소 혼합 공정 동안, 자성 입자는 슈트 (126)를 통해 베슬 (102), (104)로부터 챔버 (120)으로 낙하한다. 자성 입자는 추가 처리를 위해 챔버 (120)으로부터 제거될 수 있다. 슈트 (126)과 베슬 (102), (104) 사이의 개구부에서 내압착성(press-withstanding) 밸브가 사용될 수 있다.

[0068] 일부 실시에서, 베슬 (102), (104) 중 하나는 기밀화되고, 가스 관리 컴포넌트 (144)를 사용하여 진공 배기된다. 이어서, 선택된 베슬 (102), (104)는 선택된 베슬 (102), (104)를 자성체의 혼합 및 단편화를 위한 것으로 제조하기 위해 예컨대, 펌핑 어셈블리 (128)을 통해 가스 공급원으로부터의 수소로 충전될 수 있다. 혼합 및 단편화 후, 예컨대, 선택된 베슬 (102), (104)로부터 수소를 진공 배기하고, 수소를 나머지 다른 한 베슬 (104), (102)로 이송시킴으로써 수소를 가스 관리 컴포넌트 (144)에 의해 나머지 다른 한 베슬 (104), (102)로 이송시킬 수 있다. 각 베슬의 내용물을 수소 혼합시킴에 따라, 수소가 회수될 수 있고, 이는 나머지 다른 한 베슬 (102), (104)로 이송될 수 있으며, 수소 혼합의 공정은 나머지 다른 한 베슬에서 반복된다.

[0069] 일부 실시에서, 가스 저장 챔버가 가스 관리 컴포넌트 (144)에 포함되고, 베슬 (102), (104) 중 하나로부터 진공 배기된 수소는 예컨대, 수소 혼합 사이클 사이에 나머지 다른 한 베슬 (102), (104)로의 이송 이전에 가스 저장 챔버 (제시되지 않음)에 일시적으로 저장된다. 가스 저장 챔버를 사용함으로써 수소 혼합 반응기는 단 하나의 베슬만을 포함할 수 있게 될 수 있다. 일부 예에서, 수소 혼합 반응기는 2개 초파의 베슬을 포함할 수 있다. 가스 저장 챔버는 이송 동안의 압력 강하 또는 상승을 최소화시킴으로써 챔버 및 베슬 (102), (104)로의 및 그로부터의 가스 이송에 대한 에너지 경제를 최대화시키기 위해 선택된 부피로 각 단계를 구성하는 다중의 챔버를 포함할 수 있다.

[0070] 도 3a는, 반응 챔버, 예컨대, 도 3f에서 반응 챔버 (202), (202') 중 하나인 반응 챔버 안으로 및 밖으로 반응 병 (212)를 수송하는 것인 캐리지 (216) 상의 4개의 반응 병 (212)로 이루어진 한 세트를 보여주는 것이다. 반응 챔버 (202), (202')는 도 2에 제시된 수소 혼합 반응기와 함께, 또는 그를 대신하여 사용될 수 있다. 일부 예에서, 반응 병 (212)는 예컨대, 베슬 (102), (104)와 같이, 도 2에 제시된 수소 혼합 반응기와 함께 사용될 수 있다. 예를 들어, 가스 관리 컴포넌트 (144)는 실질적으로 자성체, 예컨대, 새로 소결 자석으로 충전된 병 (212)를 불활성 가스, 예컨대, Ar 또는 N으로 충전시킬 수 있다. 자성체 (206), 예컨대, 자석, 예컨대, 수소화시키고자 하는 것을 이송 슈트 (208)로부터 반응 병 (212)으로 장입할 수 있다. 자성체 (206)를 불활성 분위기에서 반응 병 (212)으로 장입하여 예컨대, 산소에 의한 자성체 (206)의 오염을 막을 수 있다.

[0071] 일부 실시에서, 소량의 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 반응 병 (212)에 첨가할 수 있다. 희토류 전이 원소 첨가제 물질은, 자성체 (206) 및 희토류 전이 원소 첨가제 물질로부터 제조되는 최종 생성물의 특성이 미리 정의된 세목인 잔류 자기, 에너지곱, 및 보자력을 가지고록 선택될 수 있다. 일부 예에서, 반응 챔버 (202), (202')에서의 물질의 혼합 및 단편화 이후에 희토류 전이 원소 첨가제 물질의 하이드라이드가 수소화된 자성체 (206)에 첨가될 수 있다.

[0072] 반응 병 (212)는 스노클 (213) 또는 각각 반응 병에서의 가스 확산을 촉진시키는 또 다른 장치를 포함할 수 있다. 예를 들어, 스노클 (213)은 가스의 확산을 허용하는 개구부가 양태에 있는 실린더일 수 있고, 이로써, 가스는 각 병 (212) 중앙에 배치된 자성체에 도달할 수 있다.

[0073] 병 (212) 및 스노클 (213)은 수소 가스가 병 (212) 및 스노클 (213)으로 유입되어 병 (212) 내에 함유되어 있는 자성체 (206)과 접촉할 수 있도록, 및/또는 자성체 (206)의 병 (212) 내로의 장입을 허용할 수 있도록 상부가 개방되어 있을 수 있다.

[0074] 도 3b에 제시되어 있는 바와 같이, 자성체 (215), 예컨대, 자석이 병 (212) 내에 배치되어 있을 때, 이송 커버

(214)를 캐리지 (216)에 부착시켜 병 (212) 및 그의 내용물을 외부 대기로부터 단리시킬 수 있다. 커버 (214) 및 캐리지 (216)에 의해 형성된 용기는 가스 누출을 막을 수 있고, 이로써, 그의 내부 부피는 주변 공기가 자성체 (215)와 접촉하지 못하게 막으면서, 불활성 가스 분위기를 유지시킬 수 있다. 예를 들어, 불활성 분위기에서 병 (212)에 자성체 (215)를 장입한 후, 병 (212)를 커버 (214)로 커버링할 수 있고, 캐리지 (216)은 불활성 분위기와 함께 공간 밖에 저장될 수 있다. 예를 들어, 도 3e는 장입된 병 (212)을 캐리지 (216) 상에, 및 커버 (214)를 장입된 병 (212)의 상부에 배치하기 이전의, 장입된 병 (212)의 예를 보여주는 것이다. 캐리지 (216) 상에 배치하면서 동시에 병 (212)에 장입할 수 있거나, 또는 병 (212)에 장입한 후, 이어서, 캐리지 (216) 상에 배치할 수 있다.

[0075] 도 3f-g는 한 쌍의 반응 챔버 (202), (202')를 포함하는 또 다른 수소 혼합 반응기의 예를 보여주는 것이다. 반응 챔버 (202), (202')는 상기 논의된 바와 같은 가스 관리 컴포넌트 (144)에 연결되어 있고, 그에 의해 상호 연결되어 있다. 가스 공급원 (138)은 다중 가스, 예컨대, 불활성 가스 및 수소를 위한 각 연결부를 제공할 수 있다. 주변 연결부 (132)는 대기로의 배출구를 제공할 수 있다. 가스 관리 컴포넌트 (144)는 베ஸ (102), (104) 사이 대신, 한 반응 챔버 (202)에서 나머지 다른 한 챔버 (202')로, 및 그 반대 경우로 가스를 이송한다는 점에서 도 2를 참고로 상기 기술된 바와 같이 작동한다.

[0076] 예컨대, 나머지 다른 한 반응 챔버 (202')에 있는 또 다른 캐리지 상에 배치된 병의 경우, 나머지 다른 한 반응 챔버 (202')에서 수소화가 일어나는 동안, 커버링된 캐리지 (260), 예컨대, 캐리지 (216)은 반응 챔버 (202) 첫 번째 것과 합쳐져 하나가 된다. 일단 커버링된 캐리지 (260)가 반응 챔버 (202) 안에 있게 되면, 커버 (214)는 캐리지 (260)으로부터 제거되고, 반응 챔버 (202) 상의 해치 (252)는 닫히게 된다. 이어서, 반응 챔버 (202)는 불활성 가스, 예컨대, 나머지 다른 한 반응 챔버 (202')에서의 처리 완료 후, 나머지 다른 한 반응 챔버 (202')로부터 이송된 불활성 가스로 충전될 수 있다.

[0077] 가스 관리 컴포넌트 (144)는 필요한 압력을 달성하기 위해 수소를 수소 공급원으로부터 반응 챔버 (202)로 공급 할 수 있다. 예를 들어, 반응 챔버 (202')에서의 수소화 완료 후, 가스 관리 컴포넌트 (144)는 수소를 반응 챔버 (202')로부터 반응 챔버 (202)로 이송하고, 반응 챔버 (202)에 표적 압력까지 압력을 가한다. 가스 관리 컴포넌트 (144)는 병에서 커버 (232) 또는 다른 개구부를 통해 반응 챔버 (202)로부터 병 (212) 내로 수소 가스, 예컨대, 가압 수소 가스를 도입함으로써 반응 챔버 (202)에서의 수소화를 개시시킬 수 있다.

[0078] 수소 혼합 공정은 예컨대, 수소 혼합 반응기가 초기 혼합 공정을 수행하였을 때에는, 평균 직경이 약 1 μm 내지 약 2 μm 인 자성 입자를 생성할 수 있거나, 또는 예컨대, 수소 혼합 반응기가 제2 혼합 공정을 수행하였을 때에는, 평균 직경이 약 4 μm 내지 약 7 μm 인 자성 입자를 생성할 수 있다. 일부 예에서, 도 3f-g에 제시된 수소 혼합 반응기는 상기 두 공정 모두를 수행할 수 있거나, 또는 상기 반응기 중 하나는 한 공정을 수행할 수 있고, 나머지 다른 한 반응기는 나머지 다른 한 공정을 수행할 수 있다. 예를 들어, 도 2에 제시된 수소 혼합 반응기는 제1 혼합 공정을 수행할 수 있고, 도 3f-g에 제시된 수소 혼합 반응기는 제2 혼합 공정을 수행할 수 있다.

[0079] 가스 관리 컴포넌트 (144)는 반응 챔버 (202')로부터 가스를 완전히 진공 배기화할 수 있고, 반응 챔버 (202)에서 또는 저장 챔버 또는 베ஸ에서 처리 동안의 사용을 위해 반응 챔버 (202)에 가스를 배치할 수 있다. 도 3g에 제시된 바와 같이, 반응 챔버 (202) 내의 자동 온도 조절식 히터 (257)은 표적 온도를 제공하기 위해 제어 장치에 의해 조절될 수 있다.

[0080] 반응 챔버 (202)에서 수소화 공정이 진행됨에 따라, 가스 관리 컴포넌트 (144)는 반응 챔버 (202')를 불활성 가스로 다시 충전시킨다. 이어서, 도 3g에 제시된 바와 같이, 반응 챔버 (202')에 대한 해치 (252')는 개방되고, 커버 (214')는 캐리지 (260') 상에 배치된다. 이어서, 이제 입자로 축소된 하이드라이드 자석 물질은 캐리지 (260')에서 반응 챔버 (202') 밖으로 이동한다.

[0081] 반응 챔버 (202)에서 수소화가 완료된 후, 가스 관리 컴포넌트 (144)는 반응 챔버 (202)로부터 과량의 수소 가스를 진공 배기화한다. 예를 들어, 수소화 공정은 반응 챔버 (202')에 배치된 하나 이상의 병 (212)에 대하여 다시 시작되고, 과량의 수소 가스를 이송할 수 있고, 예컨대, 처리된 자성체 중의 일부 수소 물질을 반응 챔버 (202)로부터 반응 챔버 (202')로 이동시킬 수 있다.

[0082] 일부 실시에서, 병 (212)를 도 3c-d 및 3j에 제시된 바와 같이, 뱀브 (234)가 개방되었을 때, 예컨대, 병 (212)이 도립된 위치로 있을 때, 회수된 하이드라이드 자석 입자를 유도하여 슈트 (237)을 통과하도록 허용하는 깔때기로서 작용하는 커버 (232)로 닫을 수 있다. 커버 (232)를 제거할 수 있고, 이로써, 예컨대, 자성체 (206)는

병 (212)로 유입될 수 있고, 이후 각 병 (212) 상에 배치될 수 있다.

[0083] 도 3j를 참조하면, 불활성 분위기에서 커버 (232)는 병 (212) 위에 배치되어 있고, 커버 (214)를 필요로 하지 않으면서, 병은 실링될 수 있고, 불활성 분위기로부터 제거될 수 있다. 병 (212)은 캐리지 (216)에 의해 또는 개별적으로 수송될 수 있다.

[0084] 도 3k는 병 (212)로부터 받은 자성 입자용 저장 용기 (240)의 예를 보여주는 것이다. 병 (212) 상의 뱀브 (234)는 저장 용기 (240)에 포함된 노즐 (265)를 수용하여 매니폴드 (267)을 병 (212) 중의 스노클 (213)에 실링한다. 송풍기 (266)은 매니폴드 (267)을 통해 스노클 (213)으로 불활성 가스를 공급하여 병 (212)로부터 저장 용기 (240)으로 자성 입자를 제거한다. 불활성 가스는 병 (212) 중 하나로 유입된 후, 저장 용기 (240)으로 다시 순환할 수 있다.

[0085] 병 (212) 및 스노클 (213)의 횡단면인 3h에 제시된 바와 같이, 불활성 가스는 접선 방향식 또는 방사 방향식 (또는 그 둘 모두) 흐름으로 유출될 수 있다. 화살표 표시는 스노클 (213)에서 접선 방향식 지향형 슬롯을 통해 배출되는 불활성 가스의 접선 방향 패턴을 보여주는 것이다. 불활성 가스 흐름의 접선 방향 패턴은 병 (212) 내벽으로부터 입자를 제거하는 데 도움을 줄 수 있고, 병 (212)으로부터 자성 입자를 완전히 비우는 것을 촉진시킬 수 있다.

[0086] 뱀브 (234)는 예컨대, 노즐 (265)의 병 (212)로의 유입을 허용하는 게이트 구조를 가질 수 있다. 커버 (268)은, 병 (212) 제거시, 저장 용기 (240)을 실링하기 위해 노즐 (265) 상에 배치될 수 있다.

[0087] 도 4는 출발 물질, 예컨대, 각종의 다른 유형의 소비재로부터의 재활용 자석에 대한 특성 범위의 예를 보여주고, 각종의 다른 자성 특성을 포함하는 그래프이다. 그래프 상에 도시된 베를 (302)는 공정이 적용될 수 있는 출발 물질의 대략적 범위를 나타낸다. 본 공정은 또한 베를 (302) 밖의 다른 출발 물질에도 적용될 수 있다.

[0088] 도 5는 좌측 칼럼에 제시된 원 자성체의 조성을, 우측 칼럼에 제시된, 본 공정에 의해 생성된 것인, 자석 완제품과 비교하는 다이어그램이다. 출발 물질에서, 좌측 칼럼의 "R" 영역으로 표시된, 희토류 금속의 조성은 18at.% 초파이거나, 또는 18at.% 미만일 수 있다. 희토류 금속은 원 자성체의 결정립 중에, 또는 결정립계 상 물질 중에 포함될 수 있다. "X" 만큼의 희토류 금속 양은 처리 동안 출발 자석 물질로부터, 예컨대, 결정립계 상 물질로부터 제거된다. 예를 들어, GBE 시스템이 원 자성체로부터 실질적으로 모든 Nd가 풍부한 결정립계 상을 제거할 수 있다. 최종 Nd-Fe-B 생성물이 원 자석과 유사한 조성물을 가지도록 하기 위해, 신규한 희토류 물질, 즉, 베진 물질이 첨가되어야 한다. 신규한 희토류 물질, 예컨대, 첨가제 물질이 원 자성체로부터 제거된 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체할 수 있다.

[0089] 도 5에서, 베진 물질은 "V" 영역으로 표시되어 있고, 이는 처리 동안 제거된 희토류 금속 양, 또는 "X"와 거의 동일하다. 완제품에서, 희토류 금속의 최종 비율(%)은 적어도 출발 자성체 중의 비율이지만, 18at.%를 초과하지는 않는다. 출발 자성체 중의 희토류 물질의 비율(%)이 좌측 칼럼에서 두 접선 중 하위 접선만큼 낮을 경우, 예컨대, 18at.% 미만일 경우, 우측 칼럼에 제시된 자석 완제품 중의 최종 희토류 원자 비율(%)은 이월되는 하위 접선으로 표시되는 바와 같이, 적어도 같은 비율과 동일하다. 그러나, 출발 물질 중의 희토류 금속의 비율(%)이 18at.% 초과일 경우, 이때는 우측 칼럼에서 18%로 상한이 정해진 상위 접선으로 제시된 바와 같이, 완성된 자석 중의 원자 비율(%)은 18%로 제한된다.

[0090] 완제품에서, 최종 희토류 원자 비율(%)은 베진 물질의 각 성분, Nd, Pr, Dy, Gd, Tb, La, Ce, Yb, Ho, 및/또는 Eu의 비율이 원재료 중 0.1 내지 19at.%의 그의 비율 범위이고, Nd 또는 Pr, 또는 그 둘 모두의 원자 비율(%)은 0 초파인 것인 것이다. 하기 공식은 일부 실행을 추가로 기술한다: 출발 자석 물질에서, $R = s(Nd) + s(Pr) + s(Dy)$; 최종 Nd-Fe-B 생성물에서, 19 단락에서 정의된 바와 같이, $T = f(Nd) + f(Pr) + f(Dy)$; 및 첨가된 베진 물질에서는, $V = Nd[p] + Pr[q] + Dy[r]$, 여기서, 최종 생성물의 $0.1at.\% \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 19at.%, 및 $T \geq \min(R, 18at.\%)$ 이다. 예시 목적으로, 하기 예를 고려해 볼 수 있다: 출발 자석 물질에서 Nd, Pr, 및 Dy에 대한 원자 비율(%) 값이 각각 9.77, 2.96, 및 0.92인 경우, 이때 상응하는 값을 공식 $R = s(Nd) + s(Pr) + s(Dy)$ 로 대체하면, $R = 9.77 + 2.96 + 0.92$, 또는 $R = 13.65$ 인 값을 얻는다. 같은 예에서, 신규한 Nd-Fe-B 소결 자석 중의 Nd, Pr, 및 Dy에 대한 원자 비율(%) 값은 각각 10.74, 3.26, 및 0.91일 수 있다. 신규한 Nd-Fe-B 소결 자석의 값을 공식 $T = s(Nd) + s(Pr) + s(Dy)$ 로 대체하면, 이때 $T = 10.74 + 3.26 + 0.91$, 또는 $T = 14.91$ 이다. 같은 예에서, 베진 물질이 GBE 공정 동안 첨가되고, 베진 물질이 Nd, Pr, 및 Dy에 대하여 각각 0.2, 0.3, 및 0.4인 원자 비율(%) 값을 함유할 경우, 공식 $V = Nd[p] + Pr[q] + Dy[r]$ 을 통해 $V = 0.2 + 0.3 + 0.4$,

또는 $V = 0.9$ 인 값을 얻는다. 벼진 물질에 대한 공식, 또는 V 는 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 19at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 라는 2가지 제한 단서의 대상이 된다. 본 발명자들의 예에서, $p+q+r = 0.9\text{at.\%}$ 이고, 이는 $p+q+r$ 값은 0.1at.\% 이상 내지 19at.\% 이하여야 한다는 첫번째 제한 단서를 충족시킨다. 본 예는 또한 T 가 R 세트 또는 18 중 최소값보다 크거나, 또는 그와 같다는, 벼진 물질에 대한 공식의 두번째 제한 단서를 충족시킨다. 본 예에서, T 는 14.91이고, R 세트 또는 18 중 최소값은 13.65인 R 이며, 따라서, T 는 R 세트 또는 18 중 최소값보다 크거나, 또는 그와 같다.

[0091] 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 15at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다. 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 12at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다. 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 8at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다. 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 5at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다. 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 3at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다. 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 2at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다. 일부 실시에서, $V = Nd[p]+Pr[q]+Dy[r]$ 이고, 여기서, 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 1at.\% , 및 $T \geq \min(R, 18\text{at.\%})$ 이다.

[0092] 일부 실시에서, X 는 원 자석으로부터 제거된 at.% RE (Nd , Pr , Dy)이고, $p+q+r \geq X$ 이다. 일부 실시에서, 첨가제는 최종 Nd - Fe - B 소결된 생성물 중에서 f 가 출발 Nd - Fe - B 소결 자성 물질의 at.%에 의한 분율일 경우, $f(Nd)+f(Pr) > 0$ 이 되도록 한다. 일부 실시에서, $f(Nd)+f(Pr)+f(Dy) \leq 18$ 이다. 일부 실시에서, $f(Co) \leq 3$ 이다. 일부 실시에서, $f(Cu) \leq 0.3$ 이다. 일부 실시에서, $f(Fe)+f(Co) \leq 77$ 이다. 일부 실시에서, $f(Dy)+f(Nd)+f(Pr) \geq R$ 이다.

[0093] 일부 실시에서, 원소 첨가물은 $Nd[0.1-19\text{at.\%}*s(Nd), x]Pr[0.1-19\text{at.\%}*s(Pr), y]Dy[0.1-19\text{at.\%}*s(Dy), z]Co[0, d]Cu[0, e]Fe[0, f]$ 이며, 여기서, $[m, n]$ 은 최소값 m 내지 최대값 n 인 범위를 의미하고; $s(t)$ 는 출발 조성물 중에서의 원소 t 의 원자 비율이고; $f(t)$ 는 최종 조성물 중에서의 원소 t 의 원자 비율이고; $x = 18-[81, 99.9]\text{at.\%} * (s(Nd)+s(Pr)+s(Dy))$; $y = 18-[81, 99.9]\text{at.\%} * (s(Nd)+s(Pr)+s(Dy))$; $z = 18-[81, 99.9]\text{at.\%} * (s(Nd)+s(Pr)+s(Dy))$; $d = 3-[81, 99.9]\text{at.\%} * s(Co)$; $e = 0.3-[81, 99.9]\text{at.\%} * s(Cu)$; $f = 77-[81, 99.9]\text{at.\%} * (s(Fe) + s(Co))$ 이다.

[0094] 일부 실시에서, (i) 벼진 물질, 예컨대, $Nd_pPr_qDy_r$ 은 최종 생성물의 $0.1\text{at.\%} \leq p+q+r \leq$ 최종 생성물의 19at.\% 범위, 및 $T \geq \min(R, 18)$ 여야 하고, 여기서, $T = f(Nd)+f(Pr)+f(Dy)$ 및 $R = s(Nd)+s(Pr)+s(Dy)$ 이고; (ii) $p+q+r \geq X$ 이고, 여기서, X 는 원 자석으로부터 제거된 at.% RE (Nd , Pr , Dy)이고; (iii) $T \leq 18\text{at.\%}$ 이고; (iv) $f(Nd) + f(Pr) > 0$ 이고, 여기서, f 는 최종 생성물의 at.% 분율이고; (v) $f(Nd) + f(Pr) + f(Dy) \leq 18$ 이고; (vi) $f(Co) \leq 3$ 이고; (vii) $f(Cu) \leq 0.3$ 이고; (viii) $f(Fe) + f(Co) \leq 77$ 이고; (ix) $f(Dy) + f(Nd) + f(Pr) \geq R$ 이다.

[0095] 희토류 금속 이외의, 출발 자성체 및 완성된 자석, 둘 모두의 나머지는 Fe , Co , Cu , Al 및 다른 원소를 포함할 수 있다. 일부 예에서, 다른 유형의 자성체가 사용될 수 있다. 다른 유형의 자성체로 제조된 최종 자석 생성물은 상이한 조성의 자성체를 가질 수 있다.

[0096] 하기 예는 출발 자석 물질을 결정립계 공학 기술에 따라 처리하여 Nd - Fe - B 최종 생성물 중 디스프로슘(Dy)을 더욱 효율적으로 사용하고, 그의 함량을 최적화함으로써, 비용 및 공급 취약성을 완화시킬 수 있으면서, 그와 동시에, 잔류 자기(Br)를 비롯한 특정 자성 특성이 유지되거나, 또는 그의 손실이 최소화되고; 온도 저항성(iHc) 및 온도 프로파일을 비롯한, 다른 특성이 향상된 최종 Nd - Fe - B 자석을 제조할 수 있다는 것을 입증한다. 일부 실시에서, 본 방법은 자성체의 두께에는 제한을 두지 않는다. 예를 들어, 희토류 전이 원소 첨가제 물질, 예컨대, $Nd_{1-20}Dy_{1-60}Co_{1-60}Cu_{0.1-20}Fe_{0.5-90}\text{at.\%}$, $Nd_{7-14}Dy_{30-50}Co_{28-45}Cu_{1-10}Fe_{1-10}\text{at.\%}$, $Nd_{8.5-12.5}Dy_{35-45}Co_{32-41}Cu_{3-6.5}Fe_{1.5-5}\text{at.\%}$, 또는 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}\text{at.\%}$ 사용시; Nd - Fe - B 최종 생성물의 결정립계 상의 경우, Nd - Fe - B 최종 생성물의 두께는 임의 두께, 예컨대, 6 mm 초과인 두께가 될 수 있다.

실시예 1

[0098] 본 실시예는 GBE 공정을 사용하여 최소량의 도편트를 이용함으로써 영구 자석의 전반적인 자성 성능은 향상될 수 있다는 것을 입증한다. 예를 들어, GBE 공정을 통해, 도 6에 제시된 바와 같이, 보자력은 27% 증가 및 잔류

자기는 0% 감소될 수 있거나, 또는 도 7에 제시된 바와 같이, 보자력은 83% 증가 및 잔류 자기는 6% 감소될 수 있거나, 도 8에 제시된 바와 같이, 보자력은 60% 증가 및 잔류 자기는 3% 감소될 수 있다. 예를 들어, 도 6은 0.5at.% 첨가물을 포함하는 Nd-Fe-B 유형의 소결 자석의 변동에 관한 예를 보여주는 것이다. 0.5at.% 첨가물을 포함하는 최종 자석의 잔류 자기(Br)는 1.423 T이고, 보자력(iHc)은 1,042 kA/m이고, 에너지곱(BH최대)는 391 kJ/m³이다. 도 7은 3at.% 첨가물, 예컨대, Dy를 포함하는 Nd-Fe-B 유형의 소결 자석의 변동에 관한 예를 보여주는 것으로, 그 결과, 고온 적용에 적합한 높은 보자력을 얻게 된다. 3at.% 첨가물을 포함하는 최종 자석의 잔류 자기(Br)는 1.29 T이고, 보자력(iHc)은 1,900 kA/m이고, 에너지곱(BH최대)은 323 kJ/m³이다. 두 자석의 밀도는 모두 7.56 g/cm³이다.

[0099]

한 예에서, 도 6에 제시된 특성을 가지는 자석은 0.5at.% Nd 도편트를 포함할 수 있다. 자석의 출발 물질은 하기 표 1에 제시된 조성을 가질 수 있으며, 이는 Nd 도편트 첨가 이전인, "출발 물질"로 식별되고, 최종 조성은 Nd 도편트 첨가 이후인 "최종 물질"로 식별된다. 일부 예에서, 본 자석은 고에너지를 가질 수 있다.

표 1

0.5at.% Nd 도편트								
단계	Nd (at.%)	Pr (at.%)	Dy (at.%)	B (at.%)	Al (at.%)	Fe (at.%)	C (at.%)	O (at.%)
출발 물질	10.50	3.04	0.12	6.92	0.52	나머지	0.31	0.95
최종 물질	11.39	3.01	0.37	6.85	0.52	나머지	0.31	1.00

[0100]

한 예에서, 도 7에 제시된 특성을 가지는 자석은 3at.% Dy 도편트를 포함할 수 있다. 자석의 출발 물질은 하기 표 2에 제시된 조성을 가질 수 있으며, 이는 Dy 도편트 첨가 이전인, "출발 물질"로 식별되고, 최종 조성은 Dy 도편트 첨가 이후인 "최종 물질"로 식별된다. 일부 예에서, 본 자석은 높은 보자력을 가질 수 있다.

표 2

3at.% Dy 도편트								
단계	Nd (at.%)	Pr (at.%)	Dy (at.%)	B (at.%)	Al (at.%)	Fe (at.%)	C (at.%)	O (at.%)
출발 물질	9.97	3.18	0.17	5.81	0.75	나머지	0.37	0.22
최종 물질	9.80	2.98	1.37	5.62	0.76	나머지	0.62	0.53

[0102]

일부 예에서, 표 1 및 표 2에서 식별되는 자석의 조성은 약 0.009at.% 내지 약 0.08at.%의 정확도를 가질 수 있다. 일부 예에서, 표 1 및 표 2에서 식별되는 자석은 다른 소량의 도편트를 포함할 수 있다.

[0104]

결정립계 공학은 자석 소결체의 두께를 약 6 mm로 제한을 두지 않을 수 있다. 예를 들어, 시스템은 결정립계 공학을 수행하여 두께가 약 6 mm 초과, 또는 두께가 6 mm 초과인 소결 자석을 형성할 수 있다. 일부 예에서, 결정립계 공학 공정을 사용하여 형성된 자석의 두께는 6 mm 이상의 두께이다.

[0105]

도 8은 Nd-Fe-B 유형의 소결 자석에 첨가된 상이한 양의 Dy 첨가물을 함유하는 GBE 처리된 소결 자석의 자기 소거 곡선의 예를 보여주는 것이다. 예를 들어, 본원에 기술된 GBE 기술은 0.5at.% 첨가제 물질, 2.0at.% 첨가제 물질, 또는 3.0at.% 첨가제 물질을 첨가하여 도 8에 제시된 각 특성을 달성함으로써 잔류 자기 및 보자력을 향상시키기 위해 질량 규모로 소결 자석에 적용될 수 있다.

[0106]

도 9는 결정립계 공학 기술을 적용하는 공정 (900)의 예이다. 공정 (900)은 상기 기술된 시스템 중 하나 이상의

것을 사용하여 수행될 수 있다.

[0107] (902)에서, 본 공정은 주조 합금 박편을 형성한다. 예를 들어, GBE 시스템은 합금, 순수한 원소, 또는 그 둘 모두를 용융시키고, 용융된 합금을 수냉각 구리 훈 상에 주입하여 주조 합금 박편을 형성한다. 주조 합금 박편은 예컨대, Nd₂Fe₁₄B₁의 다중 2:14:1 상 결정립을 포함한다. 일부 예에서, 각 주조 합금 박편은 2:14:1 상 결정립을 포함한다. 일부 예에서, 주조 합금 박편 중 일부는 2:14:1 상 결정립을 포함하고, 주조 합금 박편 중 일부는 a) 다른 물질, 예컨대, Nd, Fe, 또는 B 이외의 다른 물질을 포함하는 결정립, 또는 b) 다른 조성의 Nd-Fe-B, 예컨대, Nd₂Fe₁₄B₁ 이외의 다른 조성을 포함하는 결정립을 포함한다.

[0108] 순수한 원소로 별개로, 또는 합금과 순수한 원소의 조합으로, 합금으로 사용되는 원소의 조합은 (i) Nd, Pr, Fe, FeB, 및 B; (ii) Nd, Fe, Co, Cu, 및 Dy, (iii) Nd, Fe, Co, Cu, Dy, 조성비 Nd75:Pr25이고, 조성비 Dy80:Fe20 및 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) Nd가 풍부, (xx) CoNd₃, (xxi) NiNd₃, (xxii) GaNd, (xxiii) Nd 옥시드, (xxiv) Pr 옥시드, (xxv) RE 카바이드, (xxvi) Nd 옥시플루오라이드, (xxvii) Re 니트리드, 또는 (xxviii) 상기 중 둘 이상의 것의 조합을 포함할 수 있다. 일부 실시에서, 원소 중 일부 또는 그들 모두는 폐 자석 물질로부터의 것일 수 있다. 일부 실시에서, 원소 중 일부 또는 그들 모두는 예컨대, 이전에 소비재에서 사용된 바 없었던 신규한 자성체로부터의 것이다.

[0109] (904)에서, 본 공정은 주조 합금 박편을 분쇄하여 초기 분말을 생성한다. 예를 들어, GBE 시스템은 Ar 또는 He 또는 또 다른 불활성 가스하에서 제트 밀링 시스템, 또는 또 다른 적절한 시스템, 예컨대, 고속 에너지 밀링을 사용하여 주조 합금 박편으로부터 초기 분말을 생성할 수 있다. 일부 실시에서, GBE 시스템은 약 20 내지 약 150°C의 온도 및 최대 약 1 내지 약 10 bar의 압력에서 주조 합금 박편을 수소 가스에 노출시켜 주조 합금 박편을 발산시킬 수 있다. GBE 시스템은 초기 분말 생성시, 2:14:1 상 결정립, 또는 상기 결정립의 약 90 내지 97 vol.%를 유지한다.

[0110] (906)에서, 본 공정은 초기 분말을 정렬하고, 압착시켜 초기 성형체를 생성한다. 예를 들어, GBE 시스템은 초기 분말로부터 압착된 성형체를 생성한다.

[0111] 일부 실시에서, 출발 원소로부터의 일부 붕소는 합금 처리 동안, 예컨대, 주조 합금 박편의 제조 및 형성, 초기 분말의 생성, 초기 성형체의 생성, 또는 상기 중 둘 이상이 이루어지는 동안 손실될 수 있다. 일부 실시에서, 산소, 탄소, 또는 그 둘 모두를 합금 처리 동안 분말과 함께 혼합할 수 있다. 예를 들어, 합금은 초기에는 Nd_{14.2}Fe_{79.3}B_{6.5}(at.%)일 수 있고, 초기 성형체는 Nd_{14.2}Fe_{79.55}B_{6.1}C_{0.05}O_{0.1}(at.%)일 수 있다. 일부 예에서, 합금은 초기에는 Nd_{31.284}Fe_{67.6427}B_{1.0733}(wt.%)일 수 있고, 초기 성형체는 Nd_{31.2275}Fe_{67.7335}B_{1.0054}C_{0.0092}O_{0.0244}(wt.%)일 수 있다.

[0112] (908)에서, 본 공정은 초기 성형체를 소결시킨다. 예를 들어, GBE 시스템은 초기 성형체로부터 완전 조밀한 소결 자석을 생성한다. 일부 실시에서, 산소, 탄소, 또는 그 둘 모두가 소결 동안 초기 성형체에 첨가될 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 소결 공정 동안, 또는 그의 일부로서 윤활제를 초기 성형체에 첨가할 수 있고, 산소, 탄소, 또는 그 둘 모두가 윤활의 결과로서 초기 성형체에 첨가될 수 있다. 일부 예에서, 소결 공정은 아르곤 가스를 사용하는 것을 포함할 수 있고, 아르곤 가스 중에 존재하는 산소는 예컨대, 소결 동안 초기 성형체에 첨가될 수 있다.

[0113] GBE 시스템은 단계 (902)에서부터 단계 (908)까지 수행하여 다중 2:14:1 상 결정립을 가진 소결 자석을 생성할 수 있고, 이어서, 하기 기술된 바와 같이, 단계 (910)에서부터 단계 (918)까지를 사용하여 소결 자석을 처리함으로써 최종 생성물 중 소결 자석의 2:14:1 상 결정립을 유지시킬 수 있다. 예를 들어, 공정 (900)은 단계 (908)에서 제조된 완전 조밀한 소결 자석 중 주조 합금 박편으로 생성된 2:14:1 상 결정립 모두, 또는 그의 약 90 내지 97 vol.%를 유지할 수 있고, 하기에서 더욱 상세하게 기술되는 단계 (910)에서 생성된 분말 중 완전 조밀한 소결 자석으로부터의 2:14:1 결정립 모두 또는 그의 약 90 내지 97 vol.%를 유지할 수 있다.

[0114] 일부 예에서, GBE 시스템은 예컨대, 상업적 공정에서 사용되지 않았던 신규한 자속, 또는 많이 사용되지 않았던 자석을 수용하고, 단계 (902)에서부터 단계 (908)까지를 수행하는 대신 자석을 처리한다. GBE 시스템은 단계 (902)에서부터 단계 (908)까지를 수행하는 대신 임의의 적절한 유형의 소결 자석을 사용할 수 있다.

[0115] (910)에서, 본 공정은 자성체를 혼합 장치에 배치하여 분말을 생성한다. 혼합 장치는 자성체에를 미리 결정된

기간, 온도, 회전 속도 등으로 가압형 수소 분위기를 가할 수 있다. 예를 들어, 자성체는 도 2, 도 3g, 또는 그 둘 모두에 제시된 수소 혼합 반응기, 또는 또 다른 적절한 혼합 장치에 의해 처리될 수 있다. GBE 시스템, 예컨대, 혼합 장치는 분말 생성시, 자성체로부터 2:14:1 상 결정립 모두, 또는 상기 결정립의 약 90 내지 97 vol.% 모두를 유지한다. 일부 실시에서, GBE 시스템이 초기 소결 자석으로부터 분말을 생성할 때, GBE 시스템은 초기 소결 자석으로부터 기준의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 제거한다.

[0116] 일부 예에서, 희토류 전이 원소 첨가제 물질은 혼합 이전 또는 이후에 자성체에 첨가될 수 있다. 일부 실시에서, Nd-Fe-B 자석, 예컨대, 자성체 및 희토류 원소 첨가제, 예를 들어, $Nd_{1-x}Pr_x$ 는 함께 99.9:0.1at.% 내지 81:19at.%의 비율로 혼합 장치에 배치되고, 이는 예컨대, 계내에서 함께 균질하게 블렌딩된다. 일부 예에서, 99.9:0.1 내지 94:6at.% 비율의, 구체적으로 99.9:0.1at.% 내지 99:1at.% 비율의 자성체 대 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 함께 균질하게 블렌딩한다. 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 별개로 단편화시킬 수 있고, 단계 (910) 이후에 자성체에 첨가할 수 있다.

[0117] 예를 들어, GBE 시스템은 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%의 희토류 전이 원소 첨가제를 $Nd_2Fe_{14}B$ 분말과 혼합하여 복합 분말을 제조하고, 임의적으로, 보통 소결된 Nd-Fe-B 유형의 자성체에 존재하는 기준의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 물질로 대체할 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 미세 분말의 급속 열분해를 사용하여 전구체를 형성할 수 있고, 전구체를 $Nd_2Fe_{14}B$ 분말과 혼합하여 복합 분말을 생성할 수 있다. GBE 시스템은 예컨대, 미세 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 입자를 $Nd_2Fe_{14}B$ 분말로 분산시키는 제1 혼합 단계를 위해 수소 혼합 반응기를 사용할 수 있다.

[0118] 일부 실시에서, GBE 시스템은 아크 용융, RF(고주파: radio frequency), 복 몰딩, 스트립 캐스팅 또는 분무, 또는 최적의 조성의 최종 전구체를 제조하는 데 적절한 임의의 다른 방법을 사용하여 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 희토류 전이 원소 첨가제 물질, 예컨대, 전구체를 생성할 수 있다. 일부 예에서, 전구체 중의 원소, 예컨대, Nd, Dy, Co, Cu 및 Fe의 순도 수준은 95% 이상, 예컨대, 99.9% 순도이고, 이로써, $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 제조하게 된다.

[0119] 일부 예에서, GBE 시스템은 용융 제조 공정, 예컨대, 진공 유도 용융을 사용하여 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 제조할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 적어도 구리, 코발트, 철 및 하나 이상의 개질제 원소, 예컨대, 네오디뮴, 프라세오디뮴, 디스프로슘, 테르븀 및 상기 중 둘 이상의 것의 조합을 포함하는 다중 성분의 고도로 합금화된 물질의 진공 유도 용융 제조를 사용할 수 있다. GBE 시스템은 합금화된 물질을 사용하여 소결 자석에 존재하는 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체할 수 있다.

[0120] 예를 들어, GBE 시스템은 알루미나 또는 지르코늄 도가니, 예컨대, a 고밀도 도가니, 고순도 도가니, 또는 그 둘 모두 중의 합금 원소, 예컨대, Nd, Pr, Fe, Dy, Tb, Co, Cu, 원소를 용융시켜 원소로 이루어진, 예컨대, 5개의 원소로 이루어진 화합물을 제조할 수 있다. 화합물의 일부 예로는 $Nd_2Dy_7Co_6CuFe_{0.33}$, $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%, $Pr_{11.92}Tb_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%, 또는 $Pr_2Tb_7Co_6CuFe_{0.33}$ 을 포함할 수 있고, 예컨대, 하기 표 3 및 4를 참조할 수 있다. 예를 들어, Nd 원소는 Pr에 의해 치환될 수 있고, Dy 원소는 Tb에 의해 치환될 수 있다.

[0121] GBE 시스템은 1,450°C에서 원소를 용융시켜 용융된 합금을 생성하고, 알루미나 또는 지르코니아 도가니로부터의 용융된 합금 물질을 수냉각 구리 훈에 주입하여 주조 합금 박편을 생성한다. 일부 예에서, GBE 시스템은 도가니 중의 용융된 합금을 실온으로 냉각시켜 화합물로부터 블록을 생성할 수 있다. GBE 시스템은 신속하게 예컨대, 10^5 켈빈/초인 비율로 용융된 합금을 냉각시켜 스트립 캐스팅된 합금 박편을 생성함으로써 크기가 50 μm 미만인 박편을 달성할 수 있다. GBE 시스템이 용융된 합금을 천천히 냉각시키는 예에서, GBE 시스템은 10 내지 100 켈빈/초인 비율로 용융된 합금을 냉각시킬 수 있다.

[0122] GBE 시스템은 예컨대, 대략 1.5 bar 절대 압력의 Ar 대기에서, 또는 또 다른 불활성 가스, 예컨대, 질소에서 원소를 용융시킬 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 진공 허용하에 원소를 용융시킬 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템이 예컨대, 희토류 전이 원소 첨가제 물질 합금에 대해 화합물의 용융 및 생성 동안 불활성 가스 또는 진공을 사용할 때, GBE 시스템은 합금 중 산소 함량, 탄소 함량, 또는 그 둘 모두를 약간 증가시킬 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템이 화합물의 용융 및 생성 동안 불활성 가스 또는 진공을 사용할 때, GBE 시스템은 예컨대,

증발 작용에 기인하는 네오디뮴, 디스프로슘, 프라세오디뮴, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 손실을 억제시킬 수 있다.

[0123] 일부 실시에서, GBE 시스템은 전하 크기가 55 Kg인 것에 대하여 적어도 400 V, 3000 Hz 및 100 KW 전력의 유도 용융 공정을 사용할 수 있다. GBE 시스템은 원소 용융 동안에 사용된 불활성 분위기에 작동량의 환원제를 포함 할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 환원제로서 수소를 이용할 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 다공성 도가니 바닥을 통한 아르곤 페징에 의해 도가니에서 원소를 교반시켜 용융물 중 원소를 균질하게 분포시킬 수 있다.

[0124] 예컨대, 합금 제조를 위한 다른 기술과 비교하였을 때, GBE 시스템은 상기 기술된 바와 같이 화합물을 제조함으로써, 희토류 전이 원소 첨가제 물질 내로 도입된 O, C, 또는 그 둘 모두의 양을 감소시킬 수 있다. GBE 시스템은 Nd가 풍부한 결정립계 상의 일부 또는 그들 모두를 합금의 액체 공융 상(eutectic phase)으로 대체하여 최종 소결 자성체의 특성을 증가시킬 수 있다.

표 3

Nd ₂ Dy ₇ Co ₆ CuFe _{0.33} 합금 특성				
	원소 물질 중 산소 함량(wt.%)	원소 물질 중 탄소 함량(wt.%)	합금 내로 도입된, 산소 및 탄소 평균값(wt.%)	합금 중 원소 함량(wt.%)
Nd	0.08	검출 한계 미만		13.44
Dy	0.03	검출 한계 미만		61.500
Co	검출 한계 미만	0.005		19.280
Cu	검출 한계 미만	검출 한계 미만		3.130
Fe	검출 한계 미만	검출 한계 미만		2.466
산소			0.06	0.17
탄소			0.009	0.014
총 합				100

[0125]

표 4

Pr ₂ Tb ₇ Co ₆ CuFe _{0.33} 합금 특성				
	원소 물질 중 산소 함량(wt.%)	원소 물질 중 탄소 함량(wt.%)	합금 내로 도입된, 산소 및 탄소 평균값 (wt.%)	합금 중 원소 함량 (wt.%)
Pr	0.07	검출 한계 미만		14.100
Tb	0.02	검출 한계 미만		61.400
Co	검출 한계 미만	0.004		19.500
Cu	검출 한계 미만	검출 한계 미만		3.100
Fe	검출 한계 미만	검출 한계 미만		1.770
산소			0.03	0.12
탄소			0.006	0.01
총합				100

[0126]

[0127] 일부 실시에서, GBE 시스템은 아크 용융 공정, 예컨대, 진공 용융 또는 재용융을 사용하여 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 제조할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 예컨대, 유도 또는 아크 용융을 사용하여 구리 도가니에서 합금용 원소, 예컨대, 상기 기술된 원소를 용융시켜 용융된 합금을 생성한다. GBE 시스템은 진공하에서 예컨대, 수냉각을 이용하여 구리 도가니를 냉각시킴으로써 용융된 합금으로부터 잉곳을 생성하는데, 이는 하부로부터 위쪽 방향으로 연속해서 고형화된다. GBE 시스템은 원소를 용융시켜 용융된 합금을 생성할 수 있고, 용융된 합금을 냉각시켜 잉곳을 생성할 수 있다. GBE 시스템은 1.8 bar 절대 압력하에, 예컨대, 아르곤 대기에서 원소를 용융시킬 수 있다. GBE 시스템은 10⁻¹ bar 초파의 진공에서 용융 허용물을 냉각시킬 수 있다.

[0128]

일부 예에서, GBE 시스템은 구리 도가니에서 아크 용융을 사용하여 잉곳을 가열함으로써 잉곳을 재용융시켜 재용융된 용융된 합금을 제조한다. GBE 시스템은 재용융된 용융된 합금을 냉각시켜 재용융된 잉곳을 생성하는데, 이는 하부로부터 위쪽 방향으로 연속해서 고형화된다.

[0129]

아크 용융 또는 재용융 공정은 개질 결정법과 상과 함께, 구체적인 특성, 예컨대, 1.3 T 이상의 높은 Br, 2,000 kA/m 이상의 높은 보자력, 또는 그 둘 모두를 포함하는 희토류 소결 자석 제조를 위한 고성능 합금, 고순도 합금, 또는 그 둘 모두를 생성할 수 있다. GBE 시스템은 용융 또는 재용융 공정을 이용하여 가스 함량, 예컨대, 오염을 감소시킬 수 있거나, 거대 편석 및 미세 편석을 감소시킬 수 있거나, 수율을 증가시킬 수 있거나, 특성 재현가능성을 증가시킬 수 있거나, 또는 상기 중 둘 이상의 것을 수행할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 예컨대, 용융된 금속 합금의 화학적 조성 및 편석과 같은, 잉곳 고형화 속도의 GBE 시스템 제어를 허용하는, 재용융 동안에 제조된 제한된 용융된 금속 합금 풀 때문에, 특성 재현가능성을 증가시킬 수 있다.

[0130]

일부 예에서, GBE 시스템은 알루미나 도가니에서, RF 용융된 잉곳을 사용하여 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체를 형성할 수 있고, 자연적으로, 예컨대, 실온에서 냉각 공급원 없이 용융된 잉곳을 냉각시킬 수 있거나, 또는 그 둘 모두를 수행할 수 있다. GBE 시스템은 용융된 잉곳 중에 원소가 확실하게 균질한 원소 분포가 이루어질 수 있도록 다회에 걸쳐, 예컨대, 2회에 걸쳐 잉곳을 용융시킬 수 있다. GBE 시스템은 유도성 결합 플라즈마(ICP: inductive coupled plasma)를 사용하여 최종 전구체 중 원소의 분포를 확인할 수 있다. Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체의 밀도는 8.21 g/cm³일 수 있다. GBE 시스템은 아르키메데스(Archimedes) 원리를 사용하여 전구체의 밀도를 확인할 수 있다.

- [0131] 일부 실시에서, GBE 시스템은 자유 낙하 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 용융 스트림 상에 고속 가스 분사를 이용하여 분사 분무하는 분사 장치를 이용하여 희토류 전이 원소 첨가제 물질로부터 전구체를 형성할 수 있다. 예를 들어, 고속 가스 분사는 불활성 가스, 예컨대, Ar, Ne, He, N, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 조합일 수 있고, 속도가 500 m/s일 수 있거나, 또는 그 둘 모두일 수 있다. 고속 가스 분사는 자유 낙하 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 용융 스트림을 작은 액적으로 단편화시킬 수 있고, 여기서, 각각에서는 약 2wt.%의 희토류 물질이 손실되고, 산소 농도는 최대 0.04wt.%이다.
- [0132] 고속 가스 분사는 액적을 형성하고, 추진시키고, 입자 크기가 1 μm 미만 내지 1 μm 인 거의 구형인 액적을 생성할 수 있다. 이는 표면적 대 부피비가 큰 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 입자를 생성할 수 있고, 예컨대, GBE 시스템은 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 전구체 및 $Nd_2Fe_{14}B$ 분말 또는 $Nd_2(FeCo)_{14}B$ 분말을 사용하여 복합 분말을 제조하기 위해 사용할 수 있다. 적합한 분말 크기의 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%를 제조하는 공정은 오직 분사 분무로만 제한하지 않고, 분사 압력 분무화, 2 유체 분무화, 회전식 분무화, 발포성 분무화, 정전 분무화, 초음파 및 휘슬 분무화에 의해서도 또한 달성될 수 있다.
- [0133] 도 10은 용융된 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 전구체 (1002)가 분사 분무 장치의 하단 개구 (1004)를 통해 낙하할 수 있도록 허용할 수 있는 분사 분무 장치 (1000)의 예를 보여주는 것이다. 예를 들어, 용융된 전구체 (1002)는 자유 낙하 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 용융 스트림 상에 예컨대, 0.18–0.58 MPa의 고속 가수 분사로 중력에 기인하여 개구 (1004)를 통해 낙하할 수 있다. 고속 불활성 가스 분사 (1006)은 일정 부피의 용융된 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 전구체 (1002)를 다수의 작은 액적으로 신속하게 단편화시킨다. 작은 액적의 산소 농도는 최대 0.04wt.%이고, 약 2wt.%의 희토류 물질이 손실되고, 분말 크기는 140–280 μm 일 수 있다. 전구체의 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 분말의 밀도 (측정치)는 8.08g/cm³일 수 있다. 일부 예에서, 액적 밀도는 예컨대, 단일 상 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 액적의 경우, 8.375 g/cm³인 이론 값의 95–98%로 달라졌다.
- [0134] 이어서, GBE 시스템은 분무화된 분말 또는 용융된 액적을 $Nd_2Fe_{14}B$ 소결 블록과 함께 수소 혼합 반응기 내에 배치하여 복합 혼합물을 제조할 수 있다. 수소 혼합 반응기를 진공 배기화한 후, 이어서, 12시간 동안 전구체 및 $Nd_2Fe_{14}B$ 소결 블록과 함께 수소 가스를 처리 챔버 내로 도입할 수 있다. 수소는 Nd-Fe-B 소결 블록 자성체에 의해, $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 전구체, 예컨대, 분말 또는 액적에 의해, 또는 그 둘 모두에 의해 흡수되어, 상응하는 물질은 확장되고, 상응하는 물질은 분말로, 예컨대, 조립질 분말로 분해된다. 수소 혼합 반응기 처리는 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 전구체가 분무화 공정 동안 축적된 포획 가스를 방출하게 할 수 있다. 일부 예에서, 수소 혼합 반응기는 공정이 완료될 때까지, 예컨대, 압력 변화가 더 이상 검출되지 않을 때까지, 처리 챔버 내로 수소를 일정하게 공급하면서 약 2 bar의 절대 압력하에 전구체 및 $Nd_2Fe_{14}B$ 소결 블록을 처리할 수 있다. 이어서, GBE 시스템은 계내에서 분말을 580°C로 가열하여 복합 $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.%/Nd-Fe-B 혼합물을 부분적으로 탈착시켜, 예컨대, 분말 입자체로부터 수소를 방출시킬 수 있다. 이어서, GBE 시스템은 복합 분말을 아르곤 대기 이송 박스로 이송하여 예컨대, 복합 분말을 GBE 시스템의 또 다른 컴포넌트로 이동시킬 수 있다.
- [0135] 일부 실시에서, GBE 시스템은 고에너지 밀링, 볼 밀링 또는 제트 밀링을 사용하여 복합 분말, 예컨대, $Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}$ at.% 전구체 및 Nd-Fe-B 또는 Nd-Fe-Co-B를 추가로 처리할 수 있다. GBE 시스템은 분말이 균질 혼합물이고, 분말 크기가 2–4.5 μm 가 될 때까지 복합 분말을 처리할 수 있다.
- [0136] 희토류 전이 원소 첨가제 물질은 Nd, Pr, Dy, Co, Cu, 및 Fe로부터의 하나 이상의 원소를 포함할 수 있다. 원소 첨가제 물질의 조합을 위한 범위에 관한 일부 예로는 Nd: [6.1717, 11.8917](at.%); Pr: [1.5495, 4.821](at.%); Dy: [0.2132, 5.3753](at.%); Co: [0, 4.0948](at.%); Cu: [0.0545, 0.2445](at.%); 및 Fe: [81.1749, 85.867](at.%)를 포함한다. 일부 실시에서, 희토류 전이 원소 첨가제 물질 중 희토류 원소 양에 대한 범위는 [13.236, 16.407](at.%) 또는 [28.82, 33.7](wt.%)일 수 있다. 일부 예에서, 희토류 전이 원소 첨가제 물질 처리 동안 소량의 O, C, 또는 그 둘 모두를 희토류 전이 원소 첨가제 물질에 첨가할 수 있다. 희토류 전이 원소 첨가제 물질의 범위(wt.%)는 Nd: [12.726, 24.85](wt.%); Pr: [3.1638, 9.677](wt.%); Dy: [0.506, 12.49](wt.%); Co: [0, 3.4963](wt.%); Cu: [0.0506, 0.2248](wt.%); 및 Fe: [63.6551, 70.009](wt.%)일 수 있다.

- [0137] 일부 예에서, GBE 시스템은 임의의 적절한 방법에 의해 기존의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 회토류 전이 원소 첨가제 물질로 대체한다. 예를 들어, Nd가 풍부한 결정립계 상이 산화되고, 수소 처리 동안 H₂와 반응하지 않을 때, GBE 시스템은 Nd₂Fe₁₄B 분말을 체질하여 Nd가 풍부한 결정립계 상을 제거할 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 Nd₂Fe₁₄B 분말을 체질하여 Nd가 풍부한 결정립계 상 입자를 포함하는, 1 μm 미만의 나노미터 크기를 가지는 초미세 입자를 제거할 수 있다. 일부 실시에서, GBE 시스템은 Nd₂Fe₁₄B 소결 자석을 회토류 전이 원소 첨가제 물질로부터 별개로 단편화할 수 있고, 이로써, 첨가제 물질 중 일부는 체질 공정 동안 제거되지 않는다.
- [0138] 회토류 전이 원소 첨가제 물질은 자성체 조성물의 원소 분석, 및 미리 정의된 표적 제제를 달성하는 데 적합한 실험 및 외삽, 또는 임의의 다른 적합한 방법에 의해 결정된 공식에 관한 데이터베이스를 사용하여 선택될 수 있다. 예를 들어, 데이터베이스는 생성되는 소결 자석 생성물에 대한 원하는 특성을 달성하기 위한 자성체, 및 자성체에 첨가되는 회토류 전이 원소 첨가제 물질의 조성 특성을 나타내는 역사적 데이터를 포함할 수 있다.
- [0139] 일부 예에서, 시스템은 예컨대, 단계 (918)에서 생성된 소결 자석 생성물 중의 원소의 총량을 측정하는 데 하기 공식을 사용할 수 있다. 예를 들어, 소결 자석 생성물 중 Nd의 최종 값 f1은, w = [81, 99.9](at.%)이고, 1-w = [0.1, 19](at.%)이고, p1은 초기 합금 중 Nd의 양이고, a1은 원소 첨가제 물질 중의 Nd의 양일 때, f1 = w * p1 + (1-w) * a1일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 Pr의 최종 값 f2는, a2가 원소 첨가제 물질 중의 Pr의 양일 때, f2 = (1-w) * a2일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 Dy의 최종 값 f3은, a3이 원소 첨가제 물질 중의 Dy의 양일 때, f3 = (1-w) * a3일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 Co의 최종 값 f4는, a4가 원소 첨가제 물질 중의 Co의 양일 때, f4 = (1-w) * a4일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 Cu의 최종 값 f5는, a5가 원소 첨가제 물질 중의 Cu의 양일 때, f5 = (1-w) * a5일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 Fe의 최종 값 f6은, p2가 초기 합금 중 Fe의 양이고, a6이 원소 첨가제 물질 중의 Fe의 양일 때, f6 = w * p2 + (1-w) * a6일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 O의 최종 값 f7은, p4가 초기 합금 중 O의 양이고, 예컨대, 합금 처리 이후의 것이고, a7이 원소 첨가제 물질 중의 O의 양이고, E_O가 소결 자석 생성물을 생성을 위해 조합된 합금 및 원소 첨가제 물질 처리 동안에 첨가되는 산소의 양일 때, f7 = w * p4 + (1-w) * a7 + E_O일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 C의 최종 값 f8은, p5가 초기 합금 중 C의 양이고, 예컨대, 합금 처리 이후의 것이고, a8이 원소 첨가제 물질 중의 C의 양이고, E_C가 소결 자석 생성물을 생성을 위해 조합된 합금 및 원소 첨가제 물질 처리 동안에 첨가되는 탄소의 양일 때, f8 = w * p5 + (1-w) * a8 + E_C일 수 있다. 소결 자석 생성물 중 B의 최종 값 f9는, p3이 초기 합금 중의 B의 양일 때, f9 = w * p3일 수 있다.
- [0140] 일부 예에서, Nd의 최종 값 f1은 [7.3635, 11.1038](at.%) 범위일 수 있다. Pr의 최종 값 f2는 [1.445, 3.6323](at.%) 범위일 수 있다. Dy의 최종 값 f3은 [0.199, 4.0535](at.%) 범위일 수 있다. 일부 실시에서, 회토류 전이 원소 첨가제 물질 중 회토류 원소의 총량은 [12.66, 15.03](at.%) 범위일 수 있다. Co의 최종 값 f4는 [0, 3.098](at.%) 범위일 수 있다. Cu의 최종 값 f5는 [0.0508, 0.1849](at.%) 범위일 수 있다. Fe의 최종 값 f6은 [76.3928, 80.0287](at.%) 범위일 수 있다. O의 최종 값 f7은 [0.09, 4.0](at.%) 범위일 수 있다. C의 최종 값 f8은 [0.01, 1.0](at.%) 범위일 수 있다. B의 최종 값 f9는 [5.7493, 6.4244](at.%) 범위일 수 있다.
- [0141] 일부 예에서, Nd의 최종 값 f1은 [16.125, 24.575](wt.%) 범위일 수 있다. Pr의 최종 값 f2는 [3.125, 7.75](wt.%) 범위일 수 있다. Dy의 최종 값 f3은 [0.5, 10](wt.%) 범위일 수 있다. 일부 실시에서, 회토류 전이 원소 첨가제 물질 중 회토류 원소의 총량은 [29, 33](wt.%) 범위일 수 있다. Co의 최종 값 f4는 [0, 2.8](wt.%) 범위일 수 있다. Cu의 최종 값 f5는 [0.05, 2.8](wt.%) 범위일 수 있다. Fe의 최종 값 f6은 [64.6705, 69.2205](wt.%) 범위일 수 있다. O의 최종 값 f7은 [0.01, 0.9](wt.%) 범위일 수 있다. C의 최종 값 f8은 [0.01, 0.5](wt.%) 범위일 수 있다. B의 최종 값 f9는 [0.95, 1.05](wt.%) 범위일 수 있다.
- [0142] (912)에서, 본 공정은 적합한 수단에 의해 분말을 단편화하고, 균질하게 혼합한다. 일부 실시에서, 이는 제트 밀링에 의해 표적 입자 크기 약 1 내지 약 4 μm로 달성된다. 분말은 임의의 적절한 단편화 장치, 예컨대, 상기에서 더욱 상세하게 기술된 것을 사용하여 단편화, 균질화, 또는 그 둘 모두 수행될 수 있다. 일부 실시에서, 단계 (910) 및 (912)는 동시에 수행될 수 있다. 일부 실시에서, 회토류 전이 원소 첨가제 물질 소수의 분획을 배치에 첨가하여 수소화시키는 대신, (912)에서 회토류 물질을 별개로 수소화시키고, 혼합한다. 일부 예에서, 회토류 전이 원소 첨가제를 별개로 밀링하고, 자성체를 밀링한 후, 예컨대, (912) 이후에 첨가할 수 있고, 그 동안 자성체는 바람직하게는 고압, 예컨대, 60 bar를 이용하여 약 1 내지 약 50 μm 범위의 분말을 형성하는 데 충분할 정도로 분할된다.

- [0143] 일부 실시에서, GBE 시스템은 예컨대, 수소 혼합 반응기 사용 후, 제트 밀링 시스템을 사용하여 복합 분말을 균질화하고, 형성하여, 그 결과로 분말 크기 2 내지 4.5 μm 를 얻을 수 있다.
- [0144] 일부 실시에서, GBE 시스템은 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 분말과 함께 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 분말을 균질화하여 별크한 Nd-Fe-B 유형의 본체, 예컨대, 최종 소결 자석 내에서 균일한 분포의 신규한 결정립계 원소 농도를 수득한다. 일부 예에서, GBE 시스템은 균질화 및 균일한 분포를 이용하여 상이한 초기 소결 자석으로부터 더욱 균일한 최종 소결 자석을 제조할 수 있다.
- [0145] 일부 예에서, 균질화는 결정립 크기를 축소시킬 수 있고, 원 Nd-Fe-B 분말, 예컨대, 결정립을 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 분말과 함께, 또는 그 둘 모두를 에워쌀 수 있고, 예컨대, 그를 둘러쌀 수 있다. 일부 실시에서, 균질화는, GBE 시스템이 기계력, 예컨대, H_2 를 물질에 가하여 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 의 조립질 분말 및 초기 Nd-Fe-B 소결 자석의 조립질 분말을 작은 입자, 예컨대, 크기가 약 0.5 μm 내지 약 5 μm 인 작은 입자로 이루어진 미세 분말로 그라인딩하는 것인 분쇄 단계를 포함할 수 있다. 기계력을 물질, 예컨대, $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 및 Nd-Fe-B 소결 자석에 가하면, 상기 물질로부터 입자가 생성될 수 있고, 입자 표면적은 증가될 수 있다. 일부 예에서, 균질화는 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 입자 내에 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 입자를 무작위로 분포시킬 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 스파이럴 막서, V 블렌더 또는 트윈 원통형(twin-shell) V 블렌더를 비롯한 기계식 혼합 장치, 제트 밀링, 볼 밀링, 고에너지 밀링 또는 기계 화학 장치, 예컨대, 수소 혼합 반응기를 사용하여 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 분말 내에서 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 분말의 분포를 균질화시킬 수 있다.
- [0146] (914)에서, 본 공정은 예컨대, 약 1 mm인, 더 큰 입자를 단편화된 물질로부터 체질한다. 예를 들어, GBE 시스템은 더 큰 입자, 예컨대, 약 500 μm 내지 약 2 mm인 입자를 미세 분말로부터 체질로 제거함으로써 분말 산화된 분획을 처리한다. 회수된 희토류 자석 물질의 주요 분획에 비하여 옥시드는 경질이고, 이는 산화된 입자가 더 작은 부분으로 단편화되는 것을 막기 때문에, 상기 절차는 산화된 분획을 제거하는 데 효과적이다. 예를 들어, 수소화, 밀링, 제트 밀링, 크러싱, 또는 또 다른 적절한 방법은 옥시드를 파괴시키는데 덜 적절할 수 있고, 이로써, 그의 크기 분포는 더 큰 상태로 유지되고, 체질에 의해서 미세 분말 중의 그를 제거하거나, 또는 그의 비율을 감소시킬 수 있다.
- [0147] (916)에서, 본 공정은 프레스를 충전시키고, 상기 프레스에서 자기장을 확립하여 미세 분말을 압착시키고, 정렬하여 압분 성형체를 형성하고, (918)에서, 본 공정은 압분 성형체를 소결시키고, 열 처리하여 최종 소결 자석 생성물을 형성한다. 예를 들어, GBE 시스템은 주조 합금 박편 중 초기에 생성된 2:14:1 상 결정립 사이에 결정립계 중 희토류 전이 원소 첨가제 물질을 포함하는 압분 성형체를 생성한다. 희토류 전이 원소 첨가제 물질은 2:14:1 상 결정립 사이에 균질하게 분포된다. 최종 소결 자석 생성물은 예컨대, 7.5 내지 7.6 g/cm³인, 고밀도의 복합체일 수 있다.
- [0148] 희토류 전이 원소 첨가제 물질은 예컨대, 실질적으로 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 인, 신규한 결정립계 상을 형성할 수 있다. 일부 실시에서, 신규한 결정립계 상은 실질적으로 이전에 초기 소결 자석에 포함되었던 초기 결정립계 상을 대체한다. 예를 들어, $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 결정립계 상은 실질적으로 기존의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체한다. 신규한 결정립계 상은 부피 분율이 증가함에 따라 증가하는 결정립계 응집도를 가질 수 있고, 최종 소결 자석 생성물 내의 역전된 핵 생성 측의 형성 및 성장을 위한 핵 생성 자리로서 작용할 수 있다. 일부 예에서, 신규한 결정립계 상은 최종 소결 자석의 개별 결정립 상의 표면 결함 가능성을 억제시킬 수 있다.
- [0149] 일부 실시에서, GBE 공정은 합금으로부터 Nd가 풍부한 상을 제거하기 이전에, 분말 블렌딩 및 수소 혼합 반응기를 사용하여 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 합금 및 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 로 이루어진 복합 혼합물을 제조할 수 있다. GBE 공정은 희토류 전이 원소 첨가제 물질로서, 예컨대, $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}\text{at.\%}$ 를 사용하여, 신규한 결정립계 상의 부피 분율이 10 vol.%에서 90 vol.%로 증가함에 따라, 밀도 향상을 보이는 신규한 결정립계 상을 포함하는 최종 소결 자석을 생성할 수 있다. 일부 예에서, 희토류 전이 원소 첨가제 물질은 소결 공정의 효율을 증가시키고, 최종 소결 자석에 대한 기계적 특성을 더욱 우수하게 만들도록, 또는 그 둘 모두를 수행함으로써 예컨대, 10 내지 30 vol.% 및 50 내지 90 vol.%의 결정립계 상 범위로 소결 보조제로서 작용할 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템이 GBE 공정을 사용하여 신규한 결정립계 상을 최종 소결 자석에 첨가할 때, 최종 소결 자석

의 내식성은 향상된다.

[0150] 예를 들어, 도 11은 GBE 최종 자석의 내식성을 다른 Nd-Fe-B 자석, 예컨대, 폐 소결된 Nd-Fe-B 자석의 내식성과 비교하는 그래프를 보여주는 것이다. 예를 들어, 도 11은 하기 소결 자석, (a) 1at.%의 Nd/Pr 첨가물을 포함하는 최종 GBE Nd-Dy-Fe-Co_{0.78}-B 자석, (b) Nd-Dy-Fe-Co_{0.9}-B 자석, (c) Nd-Dy-Fe-Co_{0.7}-B 자석, (d) Nd-Dy-Fe-Co_{0.5}-B 자석, 및 (f) Nd-Fe-B 종래 자석의 표면적 1 cm²당의 중량 손실량 (mg)을 보여주는 것이다. 자석을 자석의 Co 농도에 의존하여, 노출 시간을 20일로 하여 IEC 68-2-66과 유사한 수증기 중 130°C 및 2.7 bar에서 초가속 스트레스 시험을 사용하여 테스트하였다.

[0151] GBE 시스템은 신규한 첨가제 물질을 폐 Nd-Fe-B 분말에 첨가하여 자성 성능, 미세구조, 및 밀도가 복원된 GBE 최종 자석을 생성한다. 신규한 첨가제 물질은 예컨대, Nd 및 Pr 또는 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.%, 또는 2가지 추가 물질을 포함하는 Nd, 또는 2가지 추가 물질을 포함하는 Pr일 수 있다. 추가 물질은 Fe, Co, Cu, Dy, Nd, 또는 Pr로부터 선택될 수 있다. GBE 최종 자석은 테스트되는 다른 자석과 비교하였을 때, 향상된 내식성을 가진다. 본 실시예에서, 내식성은 10 vol.%의 새로 개발된 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 결정립계 상을 포함하여 기존의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체함에 따라 증가하기 시작한다.

[0152] 일부 실시에서, 초기 소결 자석, 예컨대, 폐 Nd-Fe-B 소결된 물질 또는 신규한 소결 자석의 출발 조성은 5.585 wt.%의 Pr, 23.615 wt.%의 Nd, 0.4 wt.%의 Dy, 0.79 wt.%의 Co, 0.1 wt.%의 Cu, 0.98 wt.%의 B, 0.0704 wt.%의 C, 0.059 wt.%의 O, 및 68.4006 wt.%의 Fe를 포함할 수 있다. 최종 소결 자석의 최종 조성은 5.22 wt.%의 Pr, 22.88 wt.%의 Nd, 0.93 wt.%의 Dy, 1 wt.%의 Co, 0.12 wt.%의 Cu, 1 wt.%의 B, 0.13 wt.%의 C, 0.12 wt.%의 O, 및 68.6 wt.%의 Fe를 포함할 수 있다.

[0153] 일부 실시에서, GBE 시스템은 적절한 결정립계 공학 방법을 디자인할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 비정돈 또는 정돈된 결정립계의 평형도에 관한 국제적인 추세를 사용하여 결정립계 편석 조작에 의해 전반적인 결정립 크기를 축소시킬 수 있고, 이로써, 결정립계 에너지 및 결정립계 이동성을 감소시킬 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은 가능한 결정립계 편석에 관한 출발 정보 및 결정립 성장 억제에 관한 미세구조 정보로서, 결정립 내부 사이에 있는 신규한 결정립계 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 및 인접해 있는 Nd₂Fe₁₄B 결정립계, 또는 그 둘 모두의 부피 분율의 전체 첨가물의 정량화 또는 편석의 결정학적 및 원소 분석을 필요로 할 수 있다. 일부 실시에서, 결정립계 공학을 통해 최종 자성체를 통해, 예컨대, 결정립계 전반에 걸쳐 균질하게 분포된 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체 분말을 얻을 수 있다.

[0154] 일부 실시에서, GBE 시스템은 또 다른 유형의 자석의 결정립계를 개질시키기 위해 공정 (900), 공정 (900)의 단계 중 일부, 또는 또 다른 적절한 방법을 사용할 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 Nd₂(FeCo)₁₄B 소결 자석 또는 Sm₂Co₁₇ 소결 자석의 결정립계를 개질시킬 수 있다. 일부 예에서, Sm₂Co₁₇ 소결 자석의 결정립계를 개질시킬 때, GBE 시스템은 Sm, Co, Zr, Fe, 또는 Cu 중 하나 이상의 것의 조합을 첨가할 수 있다.

실시예 2

[0156] GBE 기술을 통해 생성된 자석은 향상된 온도 성능을 가진다. 예를 들어, GBE 기술을 통해 생성된 자석은 향상된 열 안정성 및 향상된 자성 특성을 가진다. 재활용 자석, 예컨대, 수명 만료 제품으로부터의 Nd-Fe-B 재활용물을 처리되어 재활용 Nd-Fe-B 자석을 생성하는 유입 물질, 예컨대, 벼진 자석과 비교하였을 때, 향상된 열 안정성을 가진다. 유입 벼진, 대부분의 벼진, Nd-Fe-B 자성체로부터 제조되고, GBE 기술을 통해 처리된 자석은 다른 공정을 통해 제조된 자석과 비교하였을 때, 향상된 열 안정성을 가질 수 있다.

[0157] 하기 표 5에는 2종의 출발 자석, 출발 자석 1 및 출발 자석 2의, 및 상기 출발 자석으로부터 제조된 2종의 최종 자석, 최종 자석 1 및 최종 자석 3의 ICP 조성이 제시되어 있다. 최종 자석 1은 GBE 기술을 사용하여 첨가된 첨가제 물질 중 0.5at.%의 첨가물을 포함하고, 최종 자석 2 및 3은 각각 GBE 기술을 사용하여 첨가된 첨가제 물질 중 2at.% 및 3at.%의 첨가물을 포함한다.

[0158] 출발 자석 1은 2at.% 첨가물을 포함하는 최종 자석 2, 및 3at.% 첨가물을 포함하는 최종 자석 3에 대한 출발 자성체로서 사용되었다. 출발 자석 2는 최종 자석 1에 대한 출발 자성체로서 사용되었다. 출발 자석 1 및 2는 벼진 자성체로부터 제조된 것이고, 즉, 재활용 자석이 아니었다.

표 5

자석의 ICP (wt.%) ± 0.08 wt.%				
	출발 자석 1	출발 자석 2	최종 자석 1	최종 자석 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
밀도 (g/cm ³)	7.55	7.55	7.55	7.55

[0159]

[0160] 유체 투과성 측정기를 사용하여, 즉, 20 내지 200°C에서의 출발 자석 및 최종 자석의 열 안정성을 측정하는 검사를 수행하였다. 각 자석의 형상은 원통형이었고, 길이 대 직경비 L/D는 0.9 cm/1 cm = 0.9이고, 예컨대, 각 자석에 대한 길이 대 직경비 L/D는 동일하다. 각각의 자석을 유체 투과성 측정기 내에 배치하고, 실온에서 각 자석의 잔류 자기 및 보자력을 측정함으로써 검사를 진행한다. 온도를 승온시키고, 각 자석의 잔류 자기 및 보자력을 다시 측정하기 전에는 15분 동안 각 단계에서 상기 온도로 유지시켜 줌으로써 계속해서 검사를 수행하였다.

[0161]

출발 자석 1 및 출발 자석 2는 자기 소거 변곡점, 예컨대, 잔류 자기가 갑자기 0으로 하락하는 점을 80°C 초과의 온도에서는 거의 가지지 않았다. 최종 자석 1은 120°C에서 자기 소거 변곡점을 가졌다. 최종 자석 3은 200°C 초과의 온도에서 자기 소거 변곡점을 가졌다. 이러한 결과는 최종 자석 1 및 최종 자석 3, 둘 모두가 출발 물질 1 및 2, 둘 모두보다 열적으로 더욱 안정적이고, 최종 자석 3이 테스트된 4가지 자석 중에서 열적으로 가장 안정적이라는 것을 시사한다.

[0162]

온도에 대하여 플로팅된 가역적 손실 계수 α 및 β 는 자석이 특정 온도에서 작동할 때, 잔류 자기 및 보자력의 가역적 손실을 나타낸다. 예를 들어, 하기 표 6에는 온도 범위 및 출발 자석 1 및 최종 자석 3에 대한 가역적 손실 α 및 보자력 가역적 손실 β 가 요약되어 있다.

표 6

출발 자석 1 및 최종 자석 3에 대한 가역적 손실						
잔류 자기 가역적 손실 α	80 °C에서 α	120°C에서 α	140 °C에서 α	160°C에서 α	180 °C에서 α	200 °C에서 α
출발 자석 1	-0.12	-0.12	-0.13	-0.141	-0.14	-0.14
최종 자석 3	-0.019	-0.062	-0.06	-0.09	-0.09	-0.11
보자력 가역적 손실 β	80 °C에서 β	120°C에서 β	140 °C에서 β	160°C에서 β	180 °C에서 β	200 °C에서 β
출발 자석 1	-0.82	-0.68	-0.62	-0.57	-0.53	-0.50
최종 자석 3	-0.60	-0.56	-0.53	-0.51	-0.49	-0.47

[0163]

[0164] 자석에 대한 자속 Φ 가 이 해당 온도가 유지되면서 5% 이하만큼 감소하고, 냉각 동안 가역적인 상태 그대로 유지되는 온도가 $T_{5\%}$ 로 정의된다. 본 자석에 대한 상기 온도를 측정하기 위해, 자석을 2시간 동안 20 내지 200°C 범위의 다양한 온도에서 유지시킨 후, 자석에 대한 자속 관독값을 얻었다. 최종 자석 2 및 최종 자석 3을 테스트하였을 때, 두 자속 모두, 자속이 5% 이하만큼 감소한 최대 온도 $T_{5\%}$ 는 200°C였다.

[0165]

도 12a-b는 출발 자석 및 최종 자석에 대한 잔류 자기 가역적 손실 α 를 보여주는 것이다. 예를 들어, 도 12a는 출발 자석 1, 최종 자석 2, 및 최종 자석 3에 대한 잔류 자기 가역적 손실 α 를 보여주는 것이다. 예를 들어, 최종 자석 3은 각 온도 범위에서 더욱 우수한 α 를 보였으며, 여기서, 출발 자석 1과 비교하였을 때, 80°C에서 84% 내지 200°C에서 25% 범위로 향상된 것으로 나타났다. 최종 자석 2는 출발 자석 1과 비교하였을 때, 각 온도 범위에서 향상된 α 를 보였다. 도 12b는 출발 자석 2 및 최종 자석 1에 대한 잔류 자기 가역적 손실 α 를 보여주는 것이다. 최종 자석 1은 출발 자석 2와 비교하였을 때, 각 온도 범위에서 더욱 우수한 α 를 보였다.

[0166]

도 13a-b는 출발 자석 및 최종 자석에 대한 보자력 가역적 손실 β 를 보여주는 것이다. 최종 자석 1은 온도가 증가함에 따라 감소한다. 예를 들어, 온도가 증가함에 따라, 보자력 손실은 포화 상태가 된다.

[0167]

예를 들어, 도 13a는 출발 자석 1, 최종 자석 2, 및 최종 자석 3에 대한 보자력 가역적 손실 β 를 보여주는 것이다. 도 13b는 출발 자석 2 및 최종 자석 1에 대한 보자력 가역적 손실 β 를 보여주는 것이다. 재활용 최종 자석 2 및 3은 출발 자석과 비교하였을 때, 각 온도에서 향상된 β 값을 보였다. 예를 들어, 최종 자석 3은 각 온도 범위에서 더욱 우수한 β 를 보였으며, 여기서, 출발 자석 1과 비교하였을 때, 80°C에서 26% 내지 200°C에서 6% 범위로 향상된 것으로 나타났다.

[0168]

최종 자석 1, 최종 자석 2, 및 최종 자석 3의 보자력(iHc) 값은 전반적으로 향상된 것으로 보인다. 예를 들어, 각 출발 자석과 비교하였을 때, 전체 온도 범위에 걸친 최종 자석 1, 2, 및 3 각각의 평균 보자력(iHc) 향상 수준은 16%, 70% 및 128%이다.

[0169]

하기 표 7은 버진 물질 및 재활용 Nd-Fe-B 자석으로부터 제조된 Nd-Fe-B 자석에 대한 가역적 계수 α 및 β 를 보여주는 것이다. 버진 물질로부터 제조된 자석과 비교하였을 때, 재활용 자석은 향상된 α 및 β 를 보인다. 구체적으로, 재활용 자석은 80°C에서, 버진 물질로부터 제조된 자석보다 10배 더 우수한 잔류 자기 가역적 손실 α 를 보인다. 140°C에서 재활용 자석은 버진 물질로부터 제조된 자석의 잔류 자기 가역적 손실 α 보다 2배인 잔류 자기 가역적 손실 α 를 보인다.

표 7

버진 물질로부터 제조된 자석 및 재활용 자석에서의 α 및 β 비교		
	Br % / °C α80-α200	iHc % / °C β80-β200
출발 자석	-0.10 내지 -0.13	-0.55 내지 -0.65
재활용 자석	-0.02 내지 -0.11	-0.47 내지 -0.60

[0170]

[0171] 일부 실시에서, GBE 공정을 사용하여 더 많은 원소 첨가물을 자성체에 첨가할수록, 출발 자성체와 비교하였을 때, 생성된 최종 생성물은 열적으로 더욱더 안정화된다. 일부 예에서, 출발 물질 또는 다른 공정을 사용하여 생성된 자성체와 비교하였을 때, GBE 공정을 통해 향상된 온도 안정성 및 보자력을 얻을 수 있다.

[0172] 실시예 3

[0173] 일부 예에서, 폐 자석은 GBE 기술을 사용하여 처리될 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 예전대, 단계 (902)에서부터 단계 (908)까지를 이용하여 자석을 생성할 수 있고, 이는 폐 자석을 생성하는 것을 포함한다. 일부 예에서, 폐 자석은 또 다른 공정을 사용하여 생성될 수 있거나, 또는 또 다른 시스템으로부터 GBE 시스템에 의해 받을 수 있다.

[0174] GBE 시스템은 상기 기술된 단계 (910)부터 단계 (918)까지를 이용하여 폐 자석을 처리한다. 일부 실시에서, 폐 자석 및 재활용 자석은 하기 표 8에 제시된 것과 유사한 특성을 가질 수 있다. 상기 기술된 바와 같이, 첨가제 물질에 포함된 원소의 정량 및 유형은 상이한 각 폐 자석에 대해 조정될 수 있고, 이로써, 같은 특성은 가진 최종 자석을 얻을 수 있다. 일부 예에서, 각 폐 자석으로부터 형성된 입자에 1at.%의 Nd/Pr을 첨가하였다.

표 8

자석의 ICP (at.%)					
	폐 자석 1	폐 자석 2	폐 자석 3	폐 자석 4	최종 자석
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

[0175]

[0176] 최종 자석의 잔류 자기(Br)는 1.25 T일 수 있다. 최종 자석의 보자력(iHc)은 1,710 kA/m일 수 있다. 최종 자석

의 에너지곱(BH최대)은 303 kJ/m³일 수 있다. 최종 자석 생성물의 밀도는 7.55 g/cm³일 수 있다.

[0177] 도 14는 예컨대, 1at.% Nd/Pr 혼합물 첨가물과 함께 혼합 등급의 폐 자석으로부터 제조된, 실시예 2에 기술된 최종 자석의 예시적인 특성에 관한 그래프를 보여주는 것이다. 예를 들어, 최종 자석은 기존의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 대체한 Nd/Pr 결정립계 상을 포함할 수 있다.

[0178] 도 15는 예컨대, GBE 공정을 사용하여 처리된, 폐 소결 자석 및 재활용 자석의 자성 특성에 관한 일부 예를 보여주는 것이다. 예를 들어, 폐 소결 자석이 상이한 원소 조성을 가진 소비재로부터 다중의 폐 소결 자석을 수집하였고, 예컨대, 폐 소결 자석의 ICP 분석에 대해 표 8을 참조할 수 있다.

[0179] 본 실시예에서, 보자력은 자석, 예컨대, 폐 소결 자석 및 재활용 자석, 둘 모두에서 개별 결정립의 표면 결함의 소위 역 도메인이라는 것의 핵 생성에 의해 제어된다. GBE 시스템은 예컨대, 처리 후에는 Nd-Fe-B 상 결정립을 둘러싸는 Nd/Pr 첨가제 물질을 사용하여 신규한 결정립계 상을 첨가함으로써 상기 결합 형성을 억제시킬 수 있고, 표면 결함, 예컨대, 균열, 범프, 피트 등의 발생을 최소화시킬 수 있다.

[0180] 일부 실시예에서, GBE 시스템은 도 15에 제시된 바와 같이, 폐 소결 자석과 동일하거나, 또는 그보다 더 높은 보자력을 가지는 재활성 자석을 생성할 수 있다. 일부 예에서, GBE 이전의 출발 자석의 보자력은 약 1,400 kA/m이고, GBE를 사용하여 처리된 자석의 보자력은 1,700 kA/m이다. 예를 들어, 하기 GBE 공정: a) Nd/Pr 첨가제 물질 및 Nd-Fe-B 폐 자석으로부터의 복합 분말 제조, b) 처리 파라미터, 예컨대, 제트 밀링, 소결 파라미터, 및 어닐링 조절, 또는 c) 상기 둘 모두인 공정을 통해, 재활용 자석을 형성할 때, 폐 자석의 보자력을 복원 또는 향상시킬 수 있다. GBE 시스템은, 신규한 Nd/Pr 결정립계 구역이 Nd₂Fe₁₄B 매트릭스-상 결정립의 더욱 균일한 캡슐화를 형성할 때, 역 도메인 핵 생성 자리의 형성을 방해함으로써, 폐 소결 자석과 비교하였을 때, 재활용 자석의 성능을 향상시킬 수 있다. 일부 예에서, GBE 시스템은, 신규한 Nd/PR 결정립계 상의 부피 분율이 증가함에 따라, 결정립계 응집도가 증가하기 때문에, Nd-Fe-B 유형의 소결 자석 내에서 역 도메인의 형성 및 성장을 위한 핵 생성 자리로 작용할 수 있는 "기준의 구" Nd가 풍부한 상 결정립계를 신규한 Nd/Pr 결정립계 상으로 "소거" 시킬 수 있다.

실시예 4

[0182] 일부 실시예에서, GBE 시스템이 분사 분무 장치를 사용할 때, GBE 시스템은 먼저, 측정된 밀도가 8.375 g/cm³이고, 이론 값으로부터의 편차가 약 95 내지 98%인 단일 상 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 분말을 사용할 수 있다.

분사 분무 장치는 밀도가 8.08 g/cm³인, Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체를 생성할 수 있다. 이어서, GBE 시스템은 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체, 예컨대, 분무화된 분말을 Nd₂Fe₁₄B 소결된 블록과 함께 수소 혼합 반응기로 이송하여 전구체 및 소결된 블록으로부터 복합 분말을 제조할 수 있다.

[0183] 예를 들어, Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체 및 소결된 블록을 수소 혼합 반응기에 배치한 후, 수소 혼합 반응기를 진공 배기화한 후, 수소를 12시간 동안 도입시킬 수 있다. 수소는 Nd₂Fe₁₄B 소결된 블록 및 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체 분말에 의해 흡수되어 소결된 블록은 확장되고, 조립질 분말로 분해되고, Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 전구체 분말은 추가로 분해되고, 분무화 공정 동안 축적된 포획된 가스를 방출시킨다. 수소 혼합 공정은 혼합 공정이 완료될 때까지, 수소 혼합 챔버 내로 수소를 일정하게 공급하면서 약 2 bar의 절대 압력하에서 이루어질 수 있다. 이어서, GBE 시스템은 수소 혼합 챔버에서, 예컨대, 계내에서 분말을 550°C로 가열하여 복합 혼합물을 탈착시키고, 예컨대, 분말 입자체로부터 수소를 방출시킬 수 있다.

실시예 5

[0185] 일부 실시예에서, GBE 공정을 사용하여 제조된 최종 자석 생성물은 다른 자석, 예컨대, 다른 재활용 자석과 비교하였을 때, 향상된 온도 안정성을 가질 수 있다. 예를 들어, GBE 시스템은 예컨대, 수소 혼합 공정을 사용하여 Nd-Fe-B 물질로부터 분말을 생성할 수 있고, 분말을 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.%와 혼합하여 기존의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 신규한 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.% 결정립계 상으로 대체할 수 있다. 분말을 Nd_{11.92}Dy_{42.32}Co_{38.39}Cu_{5.34}Fe_{2.03}at.%와 혼합하는 것은 예컨대, 체질, 공기 취입, 진동, 형상 분리, 밀도 구배 분리, 트윈 원통형 비중 분리, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 조합에 의해, 기존의 구 Nd가 풍부한 결정립계 상을 제거

하면서, Nd-Fe-B 분말 전반에 걸쳐 신규한 $\text{Nd}_{11.92}\text{Dy}_{42.32}\text{Co}_{38.39}\text{Cu}_{5.34}\text{Fe}_{2.03}$ at.% 결정립계 상을 균질화시킬 수 있다.

[0186] GBE 시스템은 복합 원료 분말을 수득할 수 있고, 자기장에, 예컨대, 자기장 방향하에 불활성 분위기 중에서 복합 원료 분말을 배향시킬 수 있다. 복합 원료 분말이 자기장에서 배향되는 동안, GBE 시스템은 분말을 압축 몰딩하고, 자기장을 부과하여 몰딩된 복합체를 수득할 수 있다. GBE 시스템은 몰딩된 복합체를 소결시켜 최종 소결 자석 생성물을 수득할 수 있다.

[0187] 도 16은 GBE 공정을 사용하여 처리되지 않은 자석의 자기 소거 곡선의 예를 보여주는 것이다. 도 17은 GBE 공정을 사용하여 처리된 자석의 자기 소거 곡선의 예를 보여주는 것이며, 이는 도 16과 비교하였을 때, 도 17에서 더욱 우수한 직각도 계수로 표시되는 바와 같이, 향상된 온도 안정성을 가진다. 예를 들어, 25°C에서, 도 16에 제시된 바와 같이, 출발 물질의 보자력은 1,000 내지 1,100 kA/m이고, 도 16에 제시된 바와 같이, 최종 자석의 보자력은 1,800 내지 1,900 kA/m이다. 그의 특성이 도 17에 제시되어 있는 자석과 비교하였을 때, 그의 특성이 도 16에 제시되어 있는 자석의 함량 변화, 예컨대, 0.4wt.% Dy에서 3.4wt.% Dy로의 변화는 희토류 원소 첨가제 물질에 기인하는 것이다. 일부 예에서, Cu, Nd, Co, 또는 상기 중 둘 이상의 것의 함량은 출발 자석 또는 출발 자성체와 비교하였을 때, GBE 공정을 사용하여 처리된 자석에서 더 높을 수 있다.

실시예 6

[0189] 일부 실시에서, 시스템이 폐기물에 대하여 결정립계 공학을 수행할 때, 폐기물은 결정립계, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_1$ 매트릭스 상, 또는 그 둘 모두에 다량의 Dy를 함유할 수 있다. 다량의 Dy는 폐기물로부터 제조된 최종 자성 생성물의 자성 성능을 저하시키는 원인이 될 수 있다. 폐기물로부터 제조된 최종 자성 생성물의 잔류 자기(Br)를 증가시키기 위해, 시스템은 Dy를 Fe로 대체함으로써 폐기물로부터 Dy를 제거할 수 있고, 예컨대, 시스템은 Fe를 폐기물 내로 펌핑하여 Dy를 폐기물 밖으로 밀어낼 수 있다. 시스템은 예컨대, 혼합 공정 동안, 폐기물과 혼합되는 첨가제 물질 중에 Fe를 사용하여 폐기물로부터 Dy를 제거할 수 있다.

[0190] 시스템은 Dy를 포함하지 않는 첨가제 물질을 폐기물과 혼합할 수 있다. 첨가제 물질은 하기 표 9에 제시된 바와 같이, 다량의 Fe, Nd, Co, 또는 상기 중 둘 이상의 것을 포함할 수 있다. 예를 들어, 시스템은 최종 자성 생성물이 확실하게 높은 자성 성능을 가질 수 있도록 가능한 한 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_1$ 상에 가깝게 하기 위하여 폐기물에 Fe를 첨가하고, 폐기물로부터 Dy를 제거하거나, 또는 그 둘 모두를 수행할 수 있다. 예를 들어, 시스템은 잔류 자기(Br)를 증가시키고, 보자력(iHc)을 감소시키기 위해, 폐기물에 Fe를 첨가하고, 폐기물로부터 Dy를 제거하거나, 또는 그 둘 모두를 수행할 수 있다.

[0191] 하기 표 9에는 두 출발 폐기물, s_1 및 s_2 , 첨가제 물질, a , 및 두 출발 폐기물 및 첨가제 물질로부터 제조된 최종 자성 생성물, f 의 정량(중량%)이 제시되어 있다. 예를 들어, 하기 표 9에서 $s_1(e)$ 는 제1 출발 폐기물 s_1 중 원소 e 의 정량(중량%)을 나타내고, $s_2(e)$ 는 제2 출발 폐기물 s_2 중 원소 e 의 정량(중량%)을 나타낸다. 하기 표 9에서 첨가제 물질 a 중 원소 e 의 정량(중량%)은 $a(e)$ 로 제시되어 있고, 최종 자성 생성물 f 중 원소 e 의 정량(중량%)은 $f(e)$ 로 제시되어 있다.

[0192] 명확하게 하기 위해 일부 소수 원소는 표 9에서 생략되어 있다. 표 9의 정량은 (ICP 판독값에 기인하여) ± 0.01 내지 0.08wt.% 오차를 가진다.

표 9

자성 물질의 wt. %												
	Nd	Pr	Dy	B	Co	Al	Cu	Ga	O	C	Fe	총합
$s_1(e)$	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

[0193]

[0194] 표 9에 제시된 예에서, 시스템은 $40\text{wt.\%} * s_1 + 40\text{wt.\%} * s_2 + 20\text{wt.\%} * a$ 로부터 최종 자성 생성물을 혼합하고, 이로써, 예컨대, 최종 자성 생성물 f 중의 각 원소 e 에 대해, $f(e) = 40\text{wt.\%} * s_1(e) + 40\text{wt.\%} * s_2(e) + 20\text{wt.\%} * a(e)$ 이다. 예를 들어, 시스템은 40 kg s_1 , 40 kg s_2 , 및 20 kg a 를 혼합하여 100 kg의 최종 자성 생성물 f 를 생성하였다.

[0195] 하기 표 10에는 두 출발 물질, s_1 및 s_2 뿐만 아니라, 최종 자성 생성물, f 의 자성 특성이 제시되어 있다. 예를 들어, 표 10은 $40\text{wt.\%} * s_1$ 을 $40\text{wt.\%} * s_2$ 및 $20\text{wt.\%} * a$ 와 혼합하는 시스템이 두 출발 물질 중 하나 또는 그들 모두와 비교하였을 때, 최종 자성 생성물 f 의 성능을 향상시킬 수 있다는 것을 나타낸다. 예를 들어, 시스템은 잔류 자기(Br)를 증가시킬 수 있고, 에너지곱(BH최대)을 증가시킬 수 있고, 평균 보자력(iHc)을 감소시킬 수 있거나, 또는 상기 중 둘 이상을 수행할 수 있다.

표 10

자성 특성			
	Br (T)	iHc (kA)	BH(최대)
s_1	1.25	2345	300
s_2	1.30	1820	330
f	1.35(계산치)	2013(계산치)	360

[0196]

[0197] 일부 실시에서, GBE 방법은 0.1 내지 19wt.%의 하나 이상의 희토류 원소 첨가제를 본원에 기술된 조성물 또는 방법에 첨가하는 것을 제공한다. 또 다른 양태에서, 방법은 약 0.1wt.%, 약 0.2wt.%, 약 0.3wt.%, 약 0.4wt.%, 약 0.5wt.%, 약 1wt.%, 약 2wt.%, 약 3wt.%, 약 4wt.%, 약 5wt.%, 약 6wt.%, 약 7wt.%, 약 8wt.%, 약 9wt.%, 약 10wt.%, 약 11wt.%, 약 12wt.%, 약 13wt.%, 약 14wt.%, 약 15wt.%, 약 16wt.%, 약 17wt.%, 약 18wt.%, 또는 약 19wt.%의 하나 이상의 원소 첨가물 또는 하나 이상의 원소 첨가물의 조합을 본원에 기술된 조성물 또는 방법에 첨가하는 것을 제공한다. 추가의 또 다른 양태에서, 방법은 약 0.1-0.5wt.%, 약 0.1-1wt.%, 약 0.5-1wt.%, 약 1-2wt.%, 약 1-3wt.%, 약 1-5wt.%, 약 1-8wt.%, 약 1-12wt.%, 약 1-15wt.%, 약 1-19wt.%, 약 2-4wt.%, 약 2-6wt.%, 약 2-12wt.%, 약 2-19wt.%, 약 3-5wt.%, 약 3-8wt.%, 약 3-15wt.%, 및 약 3-19wt.%의 하나 이상의 원소 첨가물 또는 하나 이상의 원소 첨가물의 조합을 본원에 기술된 조성물 또는 방법에 첨가하는 것을 제공한다.

[0198] 일부 실시에서, 초기 소결 자석 블록, 및 임의적으로 첨가제 물질의 수소 혼합 공정은 수소 분위기하에 1 내지 60 bar 압력에서 20-150°C에서 수행될 수 있다. 초기 소결 자석 블록은 몇 가지 예를 들자면, 임의의 적절한 공정을 사용하여 생성될 수 있거나, 또는 업체로부터 구입할 수 있다. 이후, 수소 혼합 공정으로부터 생성된 분말을 바람직하게는 계내에서 550-600°C로 가열하여 부분적으로 혼합물로부터 가스를 제거할 수 있다. 혼합 단계에 의해 생성된 분말 중 평균 입자 크기는 1 μm 내지 2,000 μm 범위일 수 있다. 50 bar 압력이 사용될 경우, 평균 입자 크기는 원 자성체에 존재하는 결정립 크기, 예컨대, 2-8 μm , 및 산화제에 기인하여 수소와 반응하지 않은, 500 μm 내지 2,000 μm 범위의 입자에 상응할 수 있다. 분말을 체질하여 산화된 조립질 희토류 분말을 제거할 수 있다.

[0199] 일부 실시에서, 수소 혼합 공정은 확실하게 입자가 최종 자석용으로 충분히 작도록, 및 제트 밀링 작동을 건너뛸 수 있도록 하기 위해 충분히 높은 압력을 사용한다. 본 실시예에서, 체질하여 더 큰 입자를 제거하고, 이로써, 더 높은 고농도의 산소를 포함하는 입자를 제거하는 것이 이로울 수 있다. 옥시드는 자석으로부터 회수된 물질의 더욱 경질인 분획을 구성하고, 더 작은 입자 크기로의 축소에 대하여 저항성을 띠는 바, 체질하는 것이 효과적일 수 있다.

[0200] 자성 분말 혼합물의 추가 혼합 및 균질화는 혼합물의 추가 균질화를 위한 롤러 밀로 이송될 수 있다. 밀링된 물질을 롤러 밀링 동안 예를 들어, 1%의 Zn 스테아레이트를 사용하여 유행시킬 수 있다. 롤러 밀링 단계 후, 자성 분말을 체질하여 임의의 남아있는 희토류 옥시드를 추가로 제거할 수 있다. 일부 실시에서, 500 μm 보다 큰 입자를 제거하는 데 있어 체질하는 선택적일 수 있다.

[0201] 롤러 밀링을 위해 사용되는 유행제는 산소 함량이 낮을 수 있고/거나, 결합제를 함유할 수 있다. 유행제의 예로는 아미드, 예컨대, 올레아미드 또는 아미드, 또는 다른 저급 카본 하이드로케네이 에스테르 또는 지방산, 예컨

대, 올레산을 포함한다.

[0202] 분말은 제트 밀링에 의해 추가로 균질화될 수 있다. 일부 실시에서, 제트는 공기 또는 불활성 가스, 예컨대, He, Ar, 또는 N을 사용하여 형성될 수 있다. 혼합물을 균질화시키고, 크기가 1 내지 4 μm 인 단일 결정립의 응집체를 추가로 분해하기 위해 제트 밀링은 상기 시간, 예컨대, 1-4시간 동안, 및 상기 속도로 수행될 수 있다. 일부 실시에서, 제트 밀링은 24시간 이내에 완료될 수 있다.

[0203] 일부 실시에서, Nd-Fe-B 원소 첨가제의 제트 밀링과 비교하였을 때, Nd-Fe-B 분말의 제트 밀링 시간이 80% 단축되는 것이 관찰될 수 있다. 자석의 평균 입자 크기는 4 내지 10 μm 범위일 수 있다. 제트 밀링 동안, 산화된 희토류 분말은 조립질 상태 그대로 유지되면서, 예컨대, 더 큰 입자 크기를 가지면서, 응집체를 단일 결정립으로 분해될 수 있다. 산화된 희토류 조립질 분말을 제거함으로써, 출발 자성체에 도입된 산소의 양을 감소시킬 수 있고, 더욱 바람직하게는, 최종 자석 중의 것을 억제시킬 수 있다. 상기 단계는, 자성 분말 및 (RE(TM)_x) 원소 첨가제의 신규한 첨가제 물질의 혼합물을 균질화하고, 결정립계에 따른 편석된 단일 결정립을 파괴시키기 위한 목적으로, 바람직하게는 불활성 분위기하에서, 예를 들어, 어떤 산소 오염도 없는 Ar 가스를 사용하여 수행될 수 있다. RE(희토류)란, 임의의 Nd, Pr, Dy, Tb, Y, La, 또는 Sm의 조합을 지칭하고, TM(전이 원소 첨가제 물질)이란, 임의의 Co, Ni, V, Nb, Mo, Ti, Zr, Al, Cu, Ga, 또는 Fe의 조합을 지칭한다.

[0204] 입자 축소, 혼합, 및 체질 완료 후, 공기 또는 불활성 분위기 중에서 분말을 정렬하고, 압착시켜 압분 성형체를 형성할 수 있다. 압착 및 정렬하기 이전에 윤활제를 분말에 가할 수 있다. 압분 성형체를 자기장에서 압착시키고, 정렬할 수 있다. 이어서, 압분 성형체를 바로 1,050-1,100°C 범위에서 5시간의 유지 시간 동안 소결시킨 후, 900°C에서 5시간 및 550°C에서 3시간 동안 열 처리할 수 있다. 소결 온도 선택은 수소화/혼합 단계 이전에 첨가되는 희토류 첨가물의 총량에 의존할 수 있다.

[0205] 일부 실시에서, 수소 혼합은 유리하게는 신규한 원소 첨가제를 사용하여 원재료, 예컨대, 소결 자석으로부터의 것의 균질화를 촉진시키는 데 사용될 수 있다. 이어서, 제트 밀링이 수행될 수 있으며, 이는 비용면에서 효율적인 확장가능한 처리로 처리될 수 있는 공정에서 보충 물질, 예컨대, 희토류 옥시드 또는 Nd/Pr로 추가로 균질화시키는 데 사용될 수 있다. 다른 실행으로는 밀링, 롤러 밀링, 고에너지 볼 밀링, 텀블링 및 다른 혼합 단계를 포함할 수 있다.

[0206] 일부 실시에서, 방법은 0.1 내지 19wt.%의 하나 이상의 희토류 원소 첨가제를 본원에 기술된 조성물 또는 방법에 첨가하는 것을 제공한다. 또 다른 양태에서, 방법은 약 0.1wt.%, 약 0.2wt.%, 약 0.3wt.%, 약 0.4wt.%, 약 0.5wt.%, 약 1wt.%, 약 2wt.%, 약 3wt.%, 약 4wt.%, 약 5wt.%, 약 6wt.%, 약 7wt.%, 또는 약 8wt.%의 하나 이상의 희토류 원소 첨가제 또는 하나 이상의 희토류 원소 첨가제의 조합을 본원에 기술된 조성물 또는 방법에 첨가하는 것을 제공한다. 추가의 또 다른 양태에서, 방법은 약 0.1-0.5wt.%, 약 0.1-1wt.%, 약 0.5-1wt.%, 약 1-2wt.%, 약 1-3 wt.%, 약 1-5wt.%, 약 1-8wt.%, 약 2-4wt.%, 약 2-6wt.%, 약 3-5wt.%, 또는 약 3-8wt.%의 하나 이상의 희토류 원소 첨가제 또는 하나 이상의 희토류 원소 첨가제의 조합을 본원에 기술된 조성물 또는 방법에 첨가하는 것을 제공한다.

[0207] 상기 및 다른 실시양태는 각각 임의적으로 하기 특징들 중 하나 이상의 것을 단독으로 또는 조합하여 포함할 수 있다. 본 방법은 단편화 및 혼합을 동시에 수행하는 것을 포함할 수 있다. 단편화하는 것은 물질을 평균 입자 크기 1 내지 4 μm 로 단편화하는 것을 포함할 수 있다. 단편화하는 것은 입자 분획 크기가 평균 입자 크기보다 더 큰 입자를 제거하여 낮은 산소 농도를 얻는 것을 포함할 수 있다. 입자 분획 크기가 평균 입자 크기보다 더 큰 입자를 제거하여 낮은 산소 농도를 얻는 것은 체질하는 것을 포함할 수 있다.

[0208] 일부 실시에서, 본 방법은 균질한 분말을, 희토류 물질 R 또는 원소 첨가제 A로부터 선택되는 또 다른 원소와 혼합하는 것을 포함한다. 단편화하는 것은 단편화하여 평균 입자 크기가 약 1 μm 내지 약 2 mm인 분말을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 본 방법은 분말을 평균 입자 크기 약 1 내지 약 4 μm 로 추가로 단편화하고, 분말을 균질화하는 것을 포함할 수 있다. 분말을 균질화하는 것은 평균 입자 크기가 약 1 μm 내지 약 2 mm인 것을 포함할 수 있는 분말을 균질화하는 것을 포함할 수 있고, 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 4 μm 인 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것을 포함할 수 있다. 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 평균 입자 크기가 약 1 μm 내지 약 2 mm인 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것을 포함할 수 있고, 분말은 균질화하는 것은 평균 입자 크기가 약 1 내지 약 4 μm 인 것을 포함할 수 있는 분말을 균질화하는 것을 포함할 수 있다.

- [0209] 일부 실시에서, 본 방법은 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 별개로 단편화하여 분말을 형성하는 것을 포함하고, 여기서, 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 분말을 a) 단편화된 희토류 물질 R 및 b) 단편화된 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것을 포함할 수 있다.
- [0210] 일부 실시에서, 본 방법은 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 균질한 분말을 압축 성형하여 자기화된 압분 성형체를 형성하고, 압분 성형체를 약 1,000°C 내지 약 1,100°C에서 소결시키고, 소결된 압분 성형체를 15°C 미만의 불활성 분위기로 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 본 방법은 소결된 압분 성형체를 자기화하기 전에 소결된 압분 성형체를 약 490°C 내지 약 950°C에서 열 처리하는 것을 포함할 수 있다. 본 방법은 압분 성형체를 15°C 미만의 불활성 자기장에 노출시키는 것을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Co의 원자 비율(%)은 3% 이하일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Cu의 원자 비율(%)은 0.3% 이하일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Fe 및 Co의 조합된 원자 비율(%)은 77% 이하일 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물 중 Nd, Dy, 및 Pr의 조합된 원자 비율(%)은 18at.% 이하일 수 있다. 본 방법은 균질한 분말을 압축 성형하여 압분 성형체를 형성하기 이전에 분말에 윤활제를 첨가하는 것을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물의 보자력은 약 0 내지 약 20% 초과일 수 있다.
- [0211] 일부 실시에서, 본 방법은 분말을 소결시키고, 자기화하여 최종 보자력이 30% 이상만큼 증가한 것인 최종 보자력을 가지는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 본 방법은 분말을 소결시키고, 자기화하여 최종 보자력이 80% 이상만큼 증가한 것인 최종 보자력을 가지는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다.
- [0212] 일부 실시에서, 본 방법은 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 실질적으로 조성이 $W_aR_bA_c$ (여기서, W는 Nd-Fe-B 물질을 포함할 수 있고, 지표 a, b, 및 c는 상응하는 조성을 또는 원소의 원자 비율(%)을 나타낸다)인 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 분말을 a) 희토류 물질 R 및 b) 원소 첨가제 A와 혼합하여 균질한 분말을 제조하는 것은 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A를 균질하게 분포시키는 것을 포함할 수 있고, 균질한 분말을 소결시키고, 자기화하여 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 대체로 Nd-Fe-B 자성 생성물 내에서 1차 $Nd_2Fe_{14}B$ 상을 감싸도록 증가하는 희토류 물질 R의 농도 및 원소 첨가제 A의 농도를 갖는 Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 자성 생성물을 형성하는 것은 평균적으로, Nd-Fe-B 자성 생성물 전반에 걸쳐 확장되어 있는 복수 개의 결정립계 영역에서 결정립계 상의 농도 및 원소 조성을 복원, 개질 및 향상시키는 것을 포함할 수 있다.
- [0213] 일부 실시에서, 분말을 혼합하는 것은 분말을, Pr, Nd, Dy, Co, Cu, 또는 Fe 중 적어도 3개의 원소와 혼합하는 것을 포함할 수 있다. 원소 첨가제 A로는 순수한 Nd를 포함할 수 있다. 원소 첨가제 A로는 순수한 Pr을 포함할 수 있다. 본 방법은 단편화 이전에 윤활제를 분말에 첨가하는 것을 포함할 수 있다.
- [0214] 상기 및 다른 실시양태는 각각 임의적으로 하기 특징들 중 하나 이상의 것을 단독으로 또는 조합하여 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 약 0.1% 미만, 약 3% 미만, 및 약 6% 미만의 Br의 각 감소와 함께, 약 27% 초과, 약 60% 초과, 또는 83% 초과의 iHc 증가를 나타낼 수 있다. 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A는 Nd-Fe-B 소결 자석 전반에 걸쳐 균질하게 분포될 수 있고, 이로써, 희토류 물질 R의 농도 및 원소 첨가제 A의 농도는 평균적으로 물질 W의 혼합물 중에서 증가하여 Nd-Fe-B 자석 내에서 1차 $Nd_2Fe_{14}B$ 상을 감싼다. 희토류 물질 R 및 원소 첨가제 A의 조합의 원자 비율(%)은 약 0.1at.% 내지 약 19at.%를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 5 μm 미만의 평균 결정립 크기를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 2.5 μm 미만의 평균 결정립 크기를 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 약 7.56 g/cm³ 내지 약 7.6 g/cm³의 밀도를 포함할 수 있다.
- [0215] 일부 실시에서, Nd-Fe-B 소결 자석은 Co의 원자 비율(%)이 3% 이하인 것을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 Cu의 원자 비율(%)이 0.3% 이하인 것을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 Fe 및 Co의 조합된 원자 비율(%)이 77% 이하인 것을 포함할 수 있다. Nd-Fe-B 소결 자석은 Nd, Dy, 및 Pr의 조합된 원자 비율(%)이 18% 이하인 것을 포함할 수 있다. 원소 첨가제 A는 순수한 Nd를 포함할 수 있다. 원소 첨가제 A는 순수한 Pr을 포함할 수 있다.
- [0216] 본 명세서에 기술된 대상 및 기능 작동의 실시양태는 디지털 전자 회로에서, 디지털 전자 회로에서, 유형적으로 구현되는 컴퓨터 소프트웨어 또는 펌웨어에서, 본 명세서에 개시된 구조체 및 그의 구조상 등가물을 비롯한, 컴퓨터 하드웨어에서, 또는 그 중 하나 이상의 것의 조합으로 실행될 수 있다. 본 명세서에 기술된 대상의 실시양

태는 하나 이상의 컴퓨터 프로그램으로서, 즉, 데이터 처리 장치에 의한 실행을 위해, 또는 데이터 처리 장치의 작동을 제어하기 위해 유형 비일시적인 프로그램 캐리어 상에 코딩된 컴퓨터 프로그램 명령어의 하나 이상의 모듈로서 실행될 수 있다. 대안적으로 또는 추가로, 프로그램 명령어는, 데이터 처리 장치에 의한 실행을 위해 적합한 수신 장치로 전송하기 위해 정보를 코딩하도록 발생되는 것인, 인공 발생 전파 신호, 예컨대, 기계에 의해 발생된 전자, 광학, 또는 전자기 신호 상에 코딩될 수 있다. 컴퓨터 저장 매체는 기계 판독 가능 저장 장치, 기계 판독 가능 저장 기판, 랜덤 액세스 또는 직렬 액세스 메모리 장치, 또는 그 중 하나 이상의 것의 조합일 수 있다.

[0217] "데이터 처리 장치"라는 용어는 데이터 처리 하드웨어를 의미하고, 예로서, 프로그램 가능 프로세서, 컴퓨터, 또는 다중 프로세서들 또는 컴퓨터들을 비롯한, 데이터를 처리하는 모든 종류의 기구, 장치, 및 기계를 포함한다. 기구는 또한 전용 논리 회로, 예컨대, FPGA(필드 프로그램 가능 게이트 어레이: field programmable gate array) 또는 ASIC(주문형 집적 회로: application specific integrated circuit)일 수 있거나, 또는 그를 추가로 포함할 수 있다. 장치는 임의적으로, 하드웨어 이외에도, 컴퓨터 프로그램을 위한 실행 환경을 생성하는 코드, 예컨대, 프로세서 펌웨어, 프로토콜 스택, 데이터베이스 관리 시스템, 오퍼레이팅 시스템, 또는 그 중 하나 이상의 것의 조합을 구성하는 코드를 포함할 수 있다.

[0218] 프로그램, 소프트웨어, 소프트웨어 어플리케이션, 모듈, 소프트웨어 모듈, 스크립트, 또는 코드로도 또한 지칭되거나, 또는 그러한 것으로 기술될 수 있는 컴퓨터 프로그램은 컴파일러형 언어 또는 해석형 언어, 또는 선언언어 또는 절차 언어를 비롯한, 임의 형태의 프로그래밍 언어로 기록될 수 있고, 이는 자립형 프로그램으로서 또는 모듈, 컴포넌트, 서브루틴, 또는 컴퓨팅 환경에서 사용하기 적합한 다른 장치로서인 것을 비롯한, 임의 형태로 배치될 수 있다. 컴퓨터 프로그램은 파일 시스템에서 시스템에 상응할 수 있지만, 반드시 그러할 필요는 없다. 프로그램은 예컨대, 마크업 언어 문서로 저장된 하나 이상의 스크립트와 같은 다른 프로그램 또는 데이터를 담고 있는 파일의 일부분에, 해당 프로그램 전용의 단일 파일에, 또는 다중 협력 파일, 예컨대, 하나 이상의 모듈, 서브 프로그램 또는 코드의 일부를 저장하는 파일에 저장될 수 있다. 컴퓨터 프로그램은 한 컴퓨터 상에서, 또는 한 위치에 위치하거나, 또는 다중 위치에 걸쳐 분포되어 있고, 통신 네트워크에 의해 서로 연결된 다중 컴퓨터 상에서 실행되도록 배치될 수 있다.

[0219] 본 명세서에 기술된 공정 및 논리 흐름은 입력 데이터를 작동시키고, 출력 결과를 발생시킴으로써 기능을 수행하는 하나 이상의 컴퓨터 프로그램을 실행하는 하나 이상의 프로그램 가능 컴퓨터에 의해 실행될 수 있다. 공정 및 논리 흐름은 또한 전용 논리 회로, 예컨대, FPGA(필드 프로그램 가능 게이트 어레이) 또는 ASIC(주문형 집적 회로)에 의해 수행될 수 있고, 장치는 또한 그러한 것으로서 실행될 수 있다.

[0220] 컴퓨터 프로그램 수행에 적합한 컴퓨터로는 예로서, 범용 또는 전용 마이크로프로세서 또는 그 둘 모두, 또는 임의의 다른 종류의 중앙 처리 장치를 포함한다. 일반적으로, 중앙 처리 장치는 읽기 전용 메모리 또는 랜덤 액세스 메모리 또는 그 둘 모두로부터 명령어 및 데이터를 수신하게 될 것이다. 컴퓨터의 필수 소자는 명령어를 수행 또는 실행하기 위한 중앙 처리 장치, 및 명령어 및 데이터를 저장하는 하나 이상의 메모리 장치이다. 일반적으로, 컴퓨터는 또한 데이터를 저장하기 위한 하나 이상의 대용량 저장 장치, 예컨대, 자성, 마그네토 광 디스크, 또는 광 디스크를 포함하거나, 또는 그러한 저장 장치로부터 데이터를 수신하거나, 또는 그로 데이터를 전송하거나, 또는 그 둘 모두를 수행하도록 작동적으로 연결될 것이다. 그러나, 컴퓨터는 상기 장치를 포함할 필요는 없다. 또한, 컴퓨터는 또 다른 장치, 몇 가지만 예로 들자면, 예컨대, 휴대폰, 개인 휴대 정보 단말기 (PDA: personal digital assistant), 모바일 오디오 또는 비디오 플레이어, 게임 콘솔, 위성 위치 확인 시스템 (GPS: Global Positioning System) 수신기, 또는 휴대용 저장 장치, 예컨대, 범용 직렬 버스(USB: universal serial bus) 플래시 드라이브에 내장화될 수 있다.

[0221] 컴퓨터 프로그램 명령어 및 데이터를 저장하는 데 적합한 컴퓨터 판독 가능 매체로는 예로서, 반도체 메모리 장치, 예컨대, EPROM, EEPROM, 및 플래시 메모리 장치; 자성 디스크, 예컨대, 내장 하드 디스크 또는 이동식 디스크; 마그네토 광 디스크; 및 CD ROM 및 DVD-ROM 디스크를 비롯한, 모든 형태의 비휘발성 메모리, 매체 및 메모리 장치를 포함한다. 프로세서 및 메모리는 전용 논리 회로에 의해 보충될 수 있거나, 또는 그에 도입될 수 있다.

[0222] 사용자와의 상호작용을 위해, 본 명세서에 기술된 대상의 실시양태는 사용자에서 정보를 표시하기 위한 디스플레이 장치, 예컨대, CRT(음극선관: cathode ray tube) 또는 LCD(액정 표시 장치: liquid crystal display) 모니터, 및 사용자가 그를 통해서 컴퓨터에 입력할 수 있도록 하는 키보드 및 포인팅 장치, 예컨대, 마우스 또는 트랙볼을 포함하는 컴퓨터 상에서 실행될 수 있다. 사용자와의 상호작용을 위해 다른 종류의 장치가 사용될 수

있으며; 예를 들어, 사용자에게 제공되는 피드백은 임의 형태의 감각 피드백, 예컨대, 시각 피드백, 청각 피드백, 또는 촉각 피드백일 수 있고; 사용자로부터의 입력은 음향, 음성, 또는 촉각 입력을 비롯한 임의 형태로 수신될 수 있다. 추가로, 컴퓨터는 사용자가 사용하는 장치로 문서를 전송하고, 상기 장치로부터 문서를 수신함으로써; 예를 들어, 웹 브라우저로부터 수신된 요청에 대한 반응으로 사용자의 장치 상의 웹 브라우저에 웹 페이지를 전송함으로써 사용자와 상호작용할 수 있다.

[0223] 본 명세서에 기술된 대상의 실시양태는, 예컨대, 데이터 서버로서 백 엔드 컴포넌트를 포함하거나, 또는 예컨대, 어플리케이션 서버로서 미들웨어 컴포넌트를 포함하거나, 또는 예컨대, 프런트 엔드 컴포넌트를 포함하는 컴퓨팅 시스템에서, 예컨대, 그를 통해 사용자가 본 명세서에 기술된 대상의 실행과 상호작용할 수 있도록 하는 것인 그래픽 사용자 인터페이스 또는 웹 브라우저, 또는 하나 이상의 상기 백 엔드, 미들웨어 또는 프런트 엔드 컴포넌트의 임의 조합을 포함하는 클라이언트 컴퓨터에서 실행될 수 있다. 시스템의 컴포넌트는 임의 형태 또는 매체의 디지털 데이터 통신, 예컨대, 통신망에 의해 서로 연결될 수 있다. 통신망의 예로는 근거리 통신망(LAN: local area network) 및 광역망(WAN: wide area network), 예컨대, 인터넷을 포함한다.

[0224] 컴퓨팅 시스템은 클라이언트 및 서버를 포함할 수 있다. 클라이언트 및 서버는 일반적으로 서로 원거리에 있고, 이는 전형적으로 통신망을 통해 상호작용한다. 클라이언트와 서버의 관계는 각 컴퓨터 상에서 작동하고, 서로에 대하여 클라이언트-서버 관계를 가지는 컴퓨터 프로그램에 의해 발생한다. 일부 실시양태에서, 서버는 예컨대, 클라이언트로서 작동하는 사용자 장치와 상호작용하는 사용자에게 데이터를 표시하고, 그로부터 사용자 입력을 수신하기 위한 목적으로 데이터, 예컨대, HTML 페이지를 사용자 장치로 전송한다. 사용자 장치에서 생성된 데이터, 예컨대, 사용자 상호작용의 결과는 서버에서 사용자 장치로부터 수신될 수 있다.

[0225] 상기와 같은 한 유형의 컴퓨터에 관한 예는 도 18에 제시되어 있으며, 본 도면은 일반 일반 컴퓨터 시스템(1800)의 개략적 다이어그램을 보여준다. 시스템(1800)은 한 실시에 따라, 이전에 기술된 컴퓨터 실행 방법들 중 임의의 것과 연관하여 기술된 작동을 위해 사용될 수 있다. 시스템(1800)은 프로세서(1810), 메모리(1820), 저장 장치(1830), 및 입력/출력 장치(1840)를 포함한다. 컴포넌트(1810), (1820), (1830), 및 (1840)들은 각각 시스템 버스(1850)을 사용하여 서로 연결되어 있다. 프로세서(1810)은 시스템(1800) 내에서 실행 명령어를 처리할 수 있다. 한 실시에서, 프로세서(1810)는 싱글 쓰레드 프로세서이다. 또 다른 실시에서, 프로세서(1810)은 멀티 쓰레드 프로세서이다. 프로세서(1810)은 메모리(1820)에, 또는 저장 장치(1830) 상에 저장된 명령어를 처리하여 사용자 인터페이스에 대한 그래픽 정보를 입력/출력 장치(1840) 상에 표시할 수 있다.

[0226] 메모리(1820)은 시스템(1800) 내에 정보를 저장한다. 한 실시에서, 메모리(1820)은 컴퓨터 판독 가능 매체이다. 한 실시에서, 메모리(1820)은 휘발성 메모리 장치이다. 또 다른 실시에서, 메모리(1820)은 비휘발성 메모리 장치이다.

[0227] 저장 장치(1830)은 시스템(1800)을 위한 대용량 저장을 제공할 수 있다. 한 실시에서, 저장 장치(1830)은 컴퓨터 판독 가능 매체이다. 다양한 상이한 실시에서, 저장 장치(1830)은 플로피 디스크 장치, 하드 디스크 장치, 광 디스크 장치, 또는 테이프 장치일 수 있다.

[0228] 입력/출력 장치(1840)은 시스템(1800)을 위한 입력/출력 작동을 제공한다. 한 실시에서, 입력/출력 장치(1840)으로는 키보드 및/또는 포인팅 장치를 포함한다. 또 다른 실시에서, 입력/출력 장치(1840)로는 그래픽 사용자 인터페이스를 표시하기 위한 디스플레이 장치를 포함한다.

[0229] 본 명세서는 다수의 구체적인 실행 세부 사항을 포함하지만, 이는 임의 발명의 범주에 대하여 또는 청구될 수 있는 범주에 대하여 제한하는 것으로 해석되지 않아야 하고, 대신, 특정 발명의 특정 실시양태에 특이적일 수 있는 특징을 설명하는 것으로 해석되어야 한다. 별개의 실시양태와 관련하여 본 명세서에 기술된 특정 특징은 또한 단일 실시양태와 조합하여 실행될 수 있다. 반대로, 단일 실시양태와 관련하여 기술된 다양한 특징 또한 별개로 또는 임의의 적합한 하위조합으로 다중 실시양태로 실행될 수 있다. 또한, 비록 특징이 특정 조합으로 작용하는 것으로 상기 기술될 수 있고, 심지어는 그와 같이 초기에 청구될 수 있기는 하지만, 청구된 조합으로부터의 하나 이상의 특징은 일부 경우에서는 조합으로부터 삭제될 수 있고, 청구된 조합은 하위조합 또는 하위조합의 변형으로 진행될 수 있다.

[0230] 유사하게, 작동이 특정 순서로 도면에 도시되어 있지만, 바람직한 결과를 달성하기 위해서는 이는 상기 작동이 제시된 특정 순서로 또는 순차적인 순서로 수행되어야 한다거나, 또는 도시된 모든 작동이 실행되어야 한다는 것으로 이해하지 않아야 한다. 특정 환경에서, 다중 작업 및 병렬 프로세싱이 이로울 수 있다. 또한, 상기 기술

된 실시양태에서 각종 시스템 모듈 및 성분의 분리가 모든 실시양태에서 상기 분리를 필요로 하는 것으로서 이해하지 않아야 하며, 기술된 프로그램 요소 및 시스템은 일반적으로 단일 소프트웨어 제품으로 함께 통합될 수 있거나, 다중 소프트웨어 제품으로 패키징될 수 있다는 것을 이해하여야 한다.

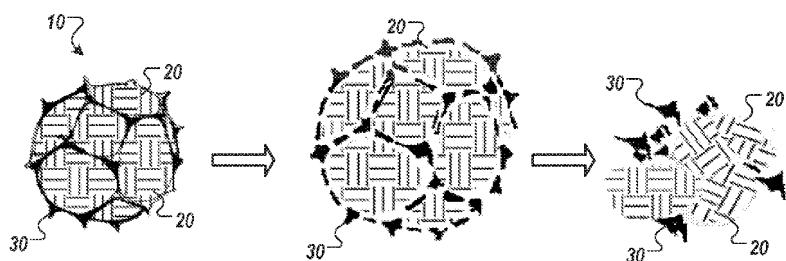
[0231]

대상의 특정 실시양태를 기술하였다. 다른 실시양태도 하기 특허청구범위 내에 포함된다. 예를 들어, 특허청구 범위에서 언급된 실행 단계는 다른 순서로 수행될 수 있고, 이는 여전히 바람직한 결과를 달성할 수 있다. 한 예로서, 첨부된 도면에 도시된 본 공정은 바람직한 결과를 달성하기 위해서는 제시된 특정 순서 또는 순차적인 순서로 진행되어야 할 필요는 없다. 일부 경우에서, 다중 작업 및 병렬 프로세싱이 이로울 수 있다.

도면

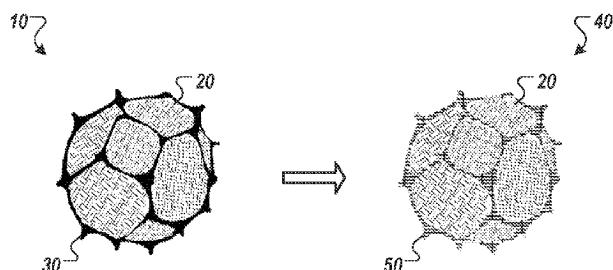
도면1a

발산 공정

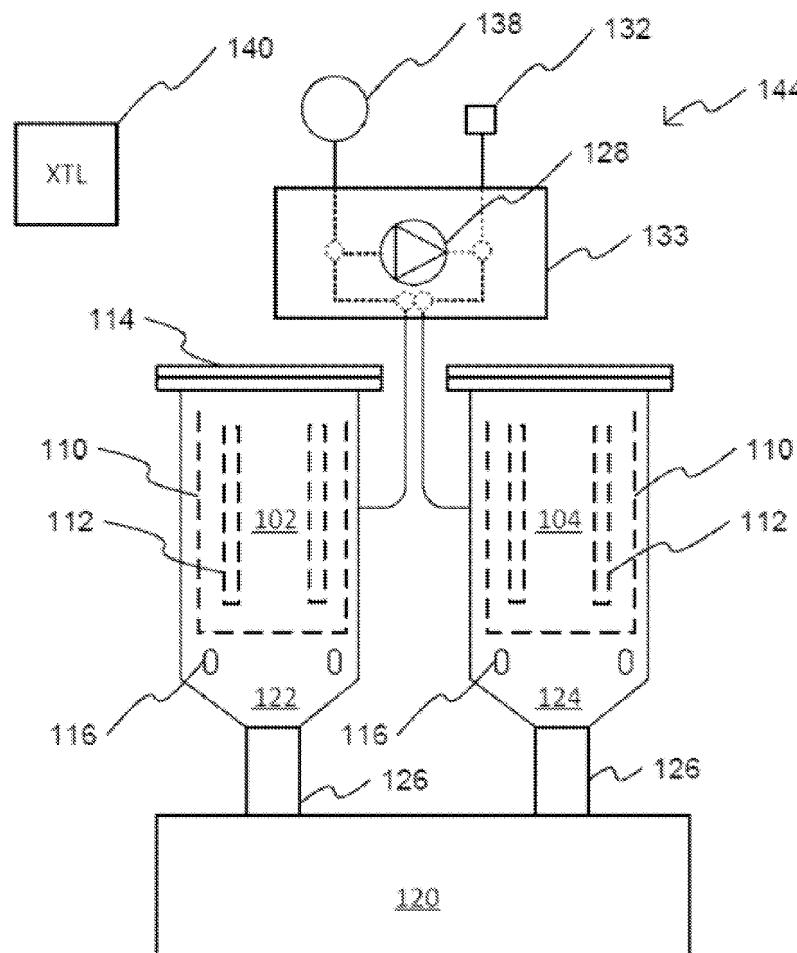


도면1b

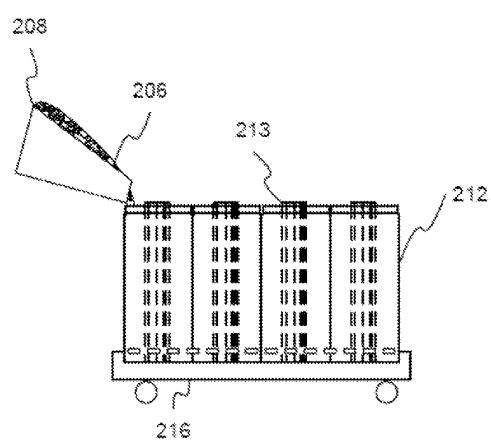
결정립계 공학 공정



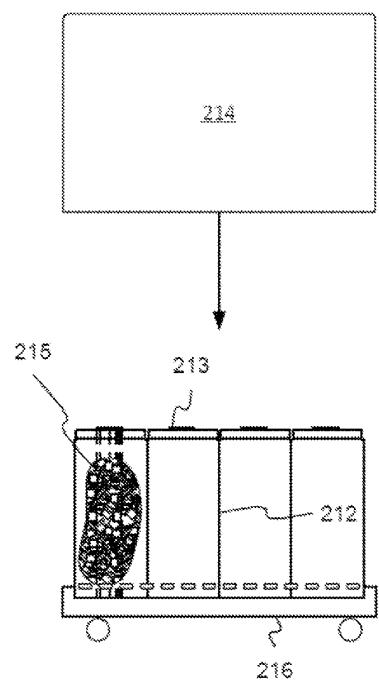
도면2



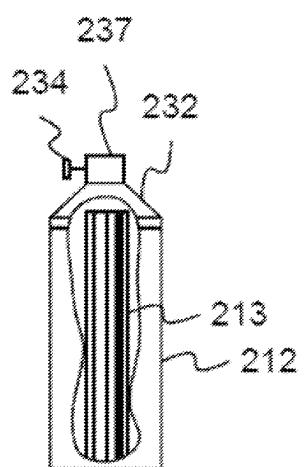
도면3a



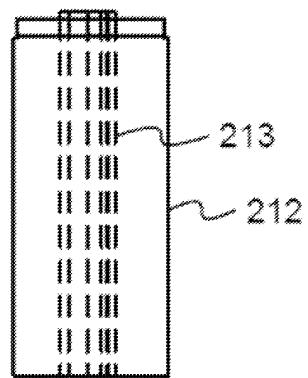
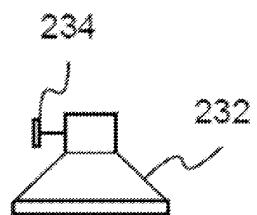
도면3b



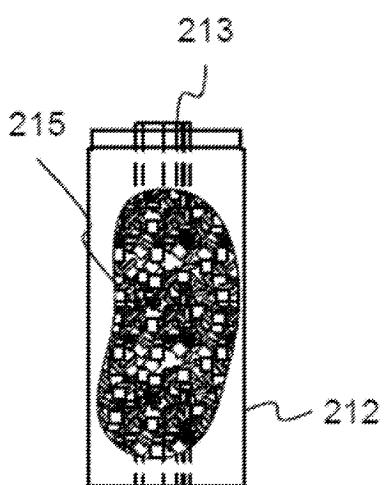
도면3c



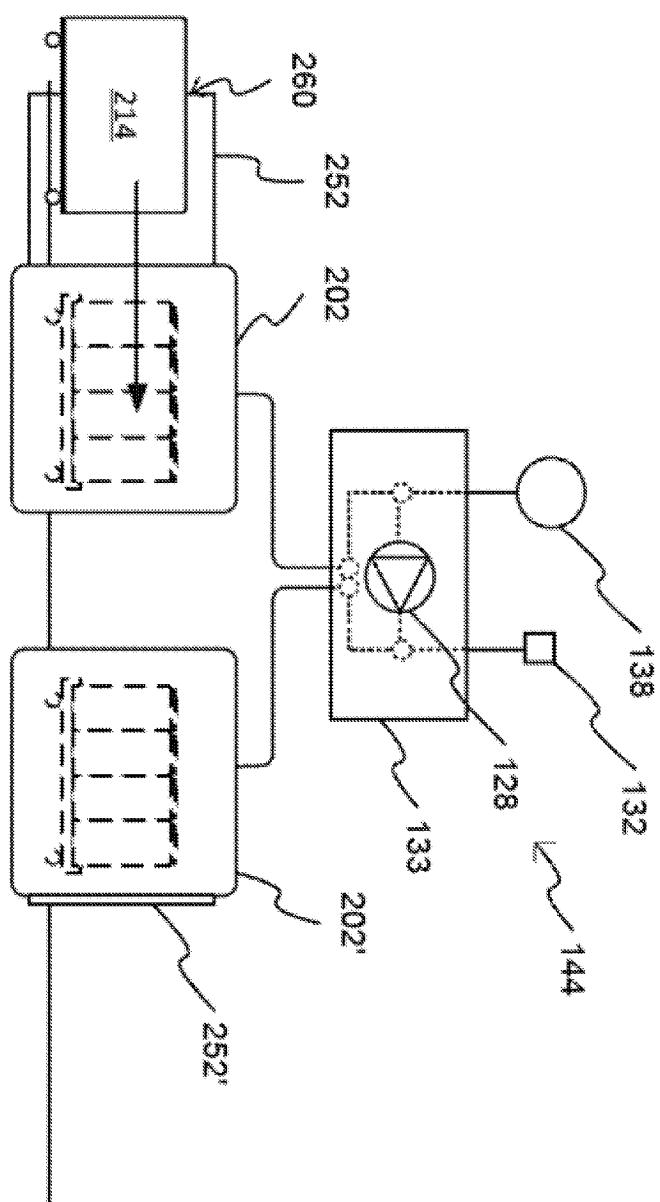
도면3d



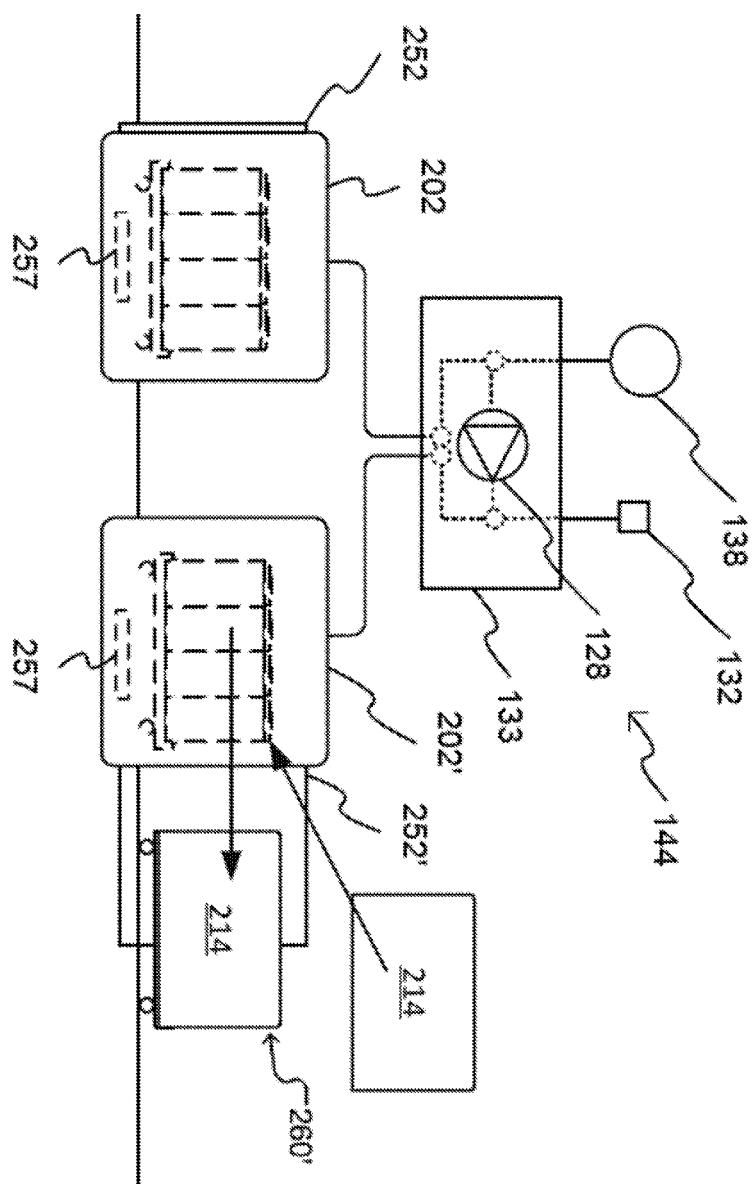
도면3e



도면3f



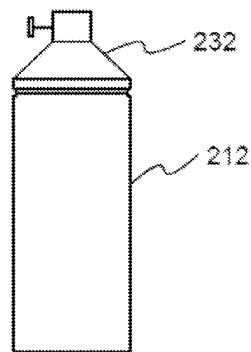
도면3g



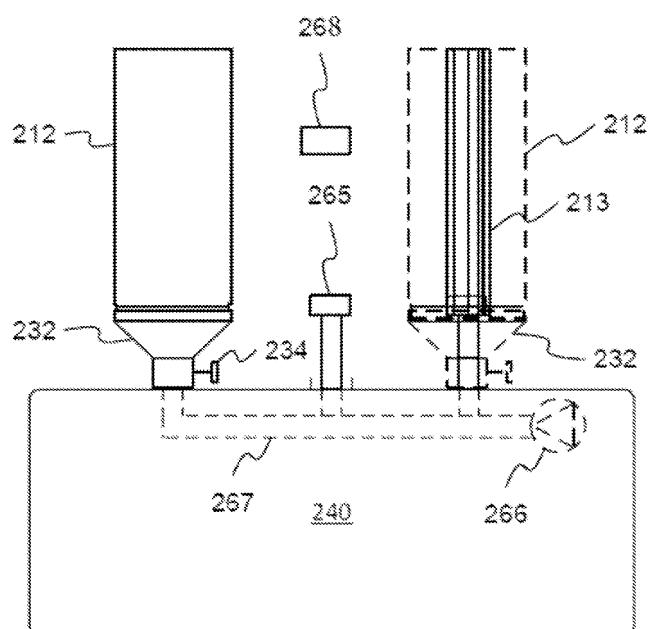
도면3h



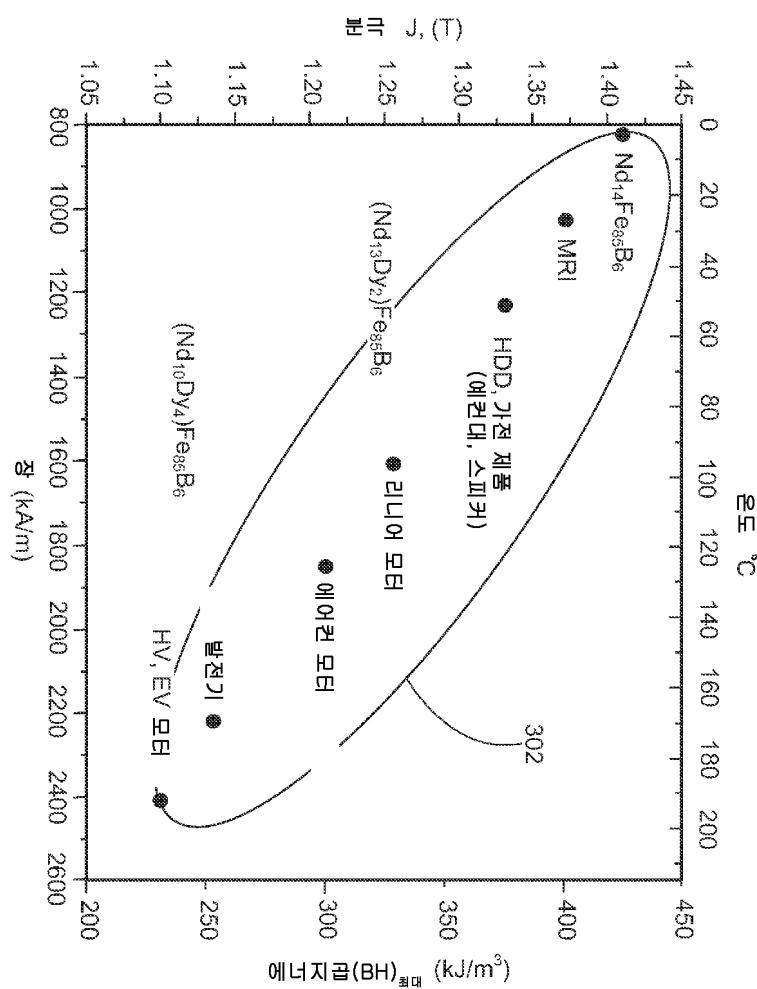
도면3j



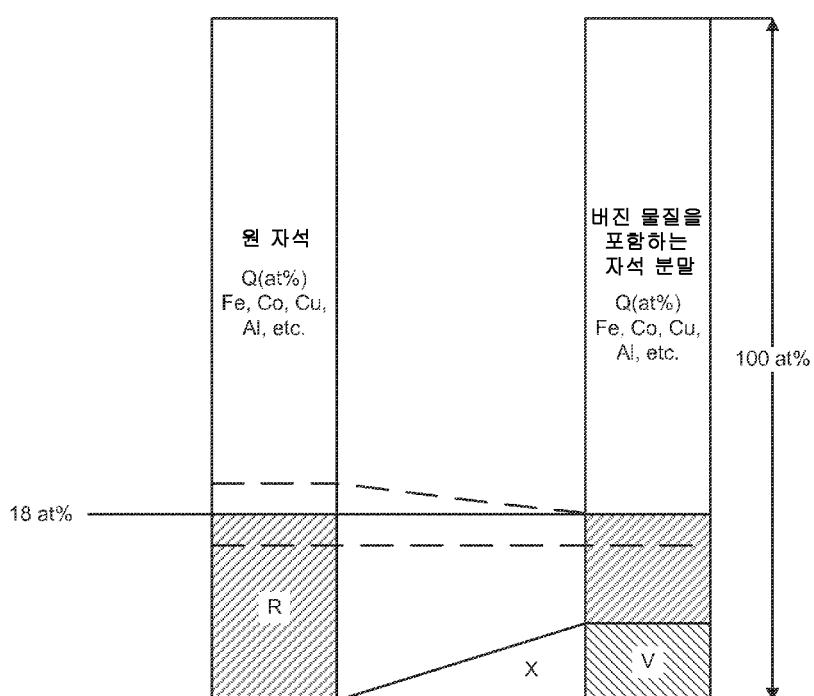
도면3k



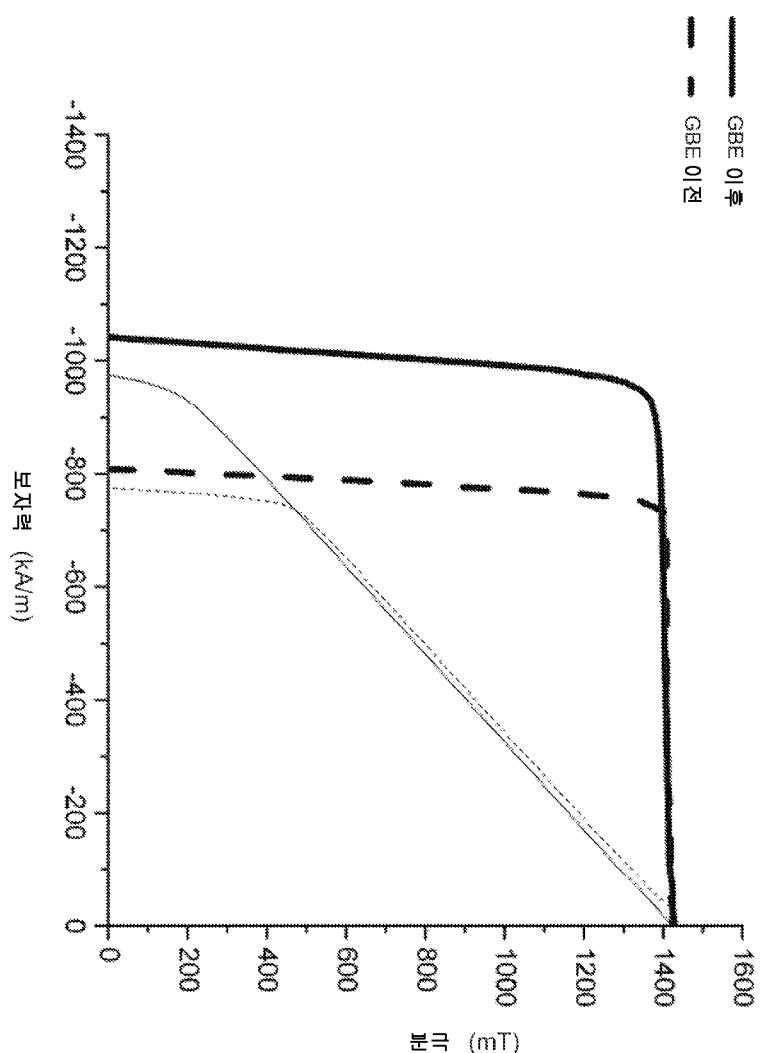
도면4



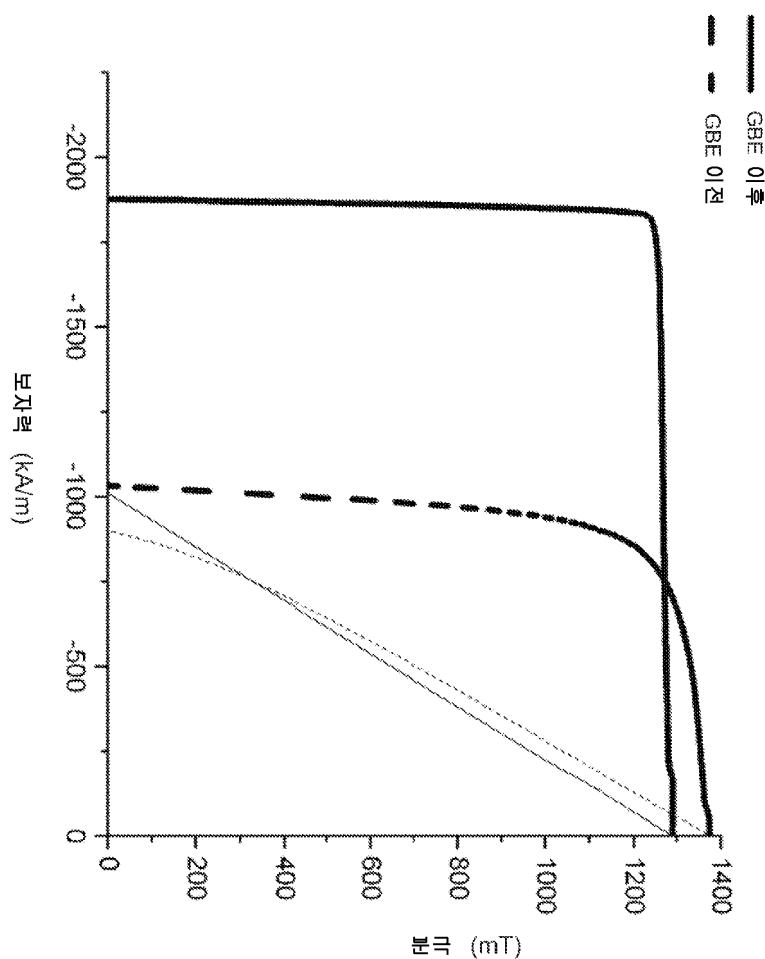
도면5



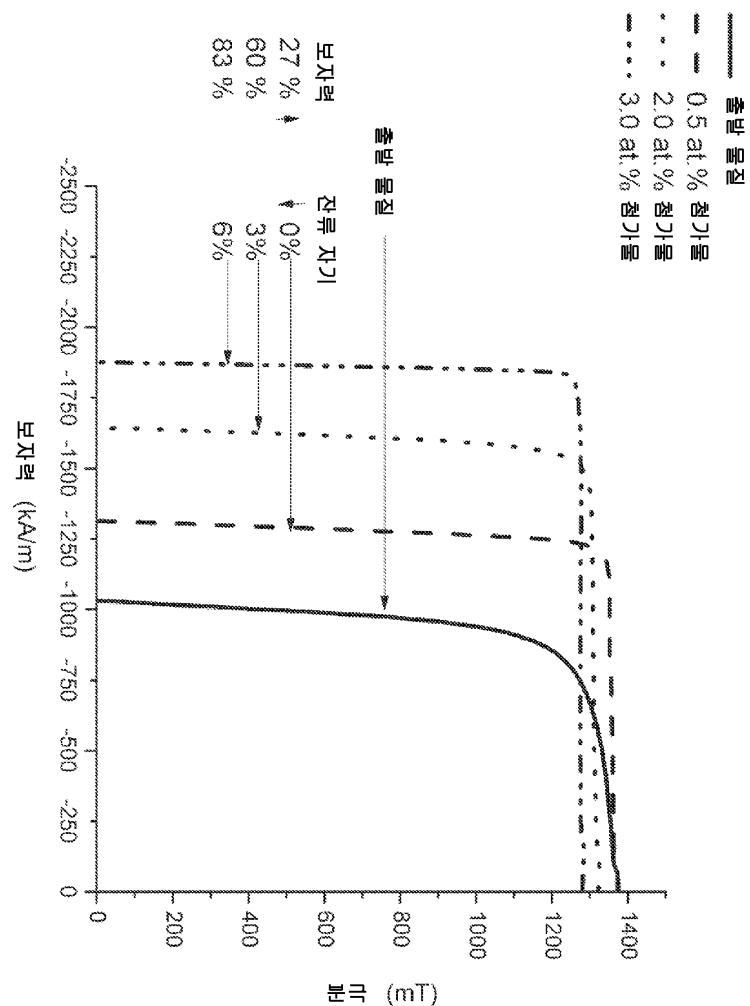
도면6



도면7

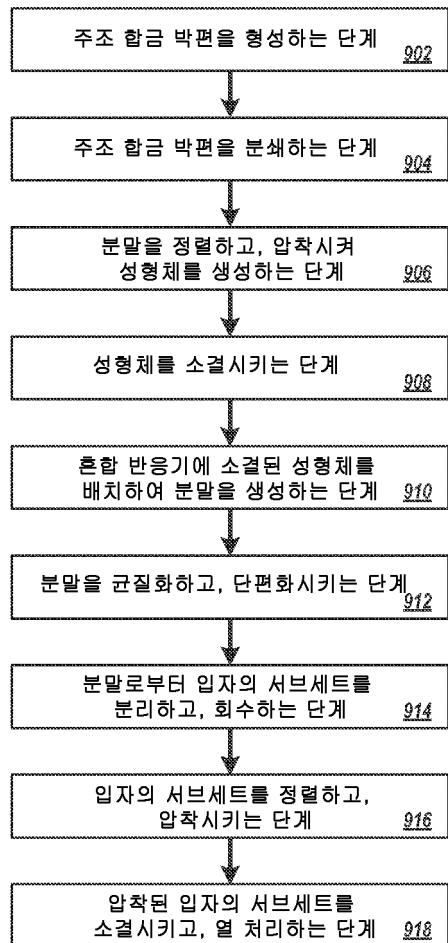


도면8



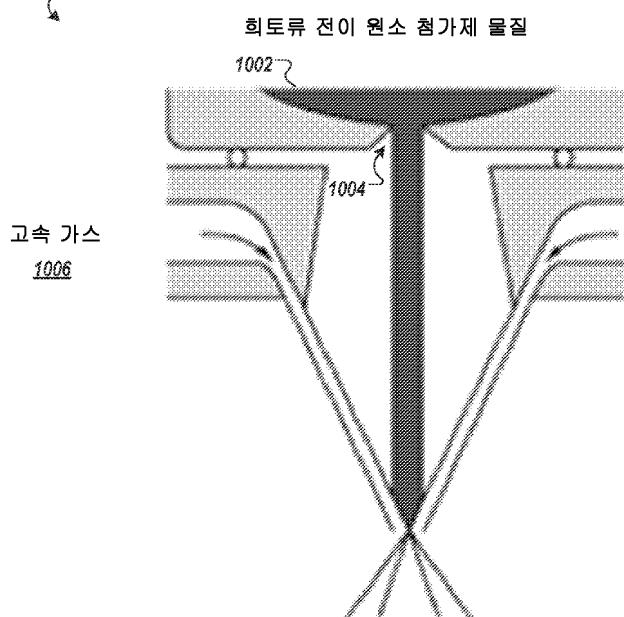
도면9

100 ↗

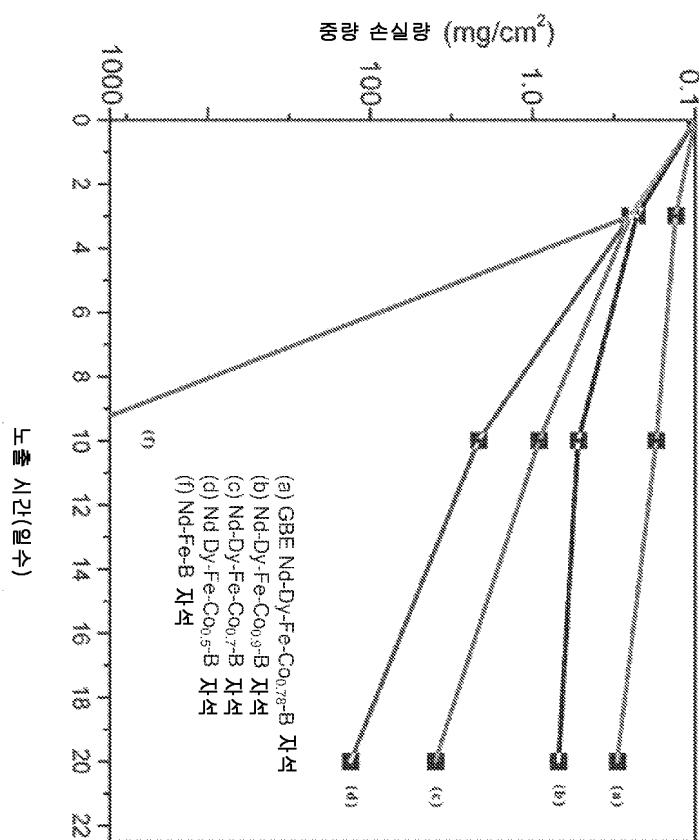


도면10

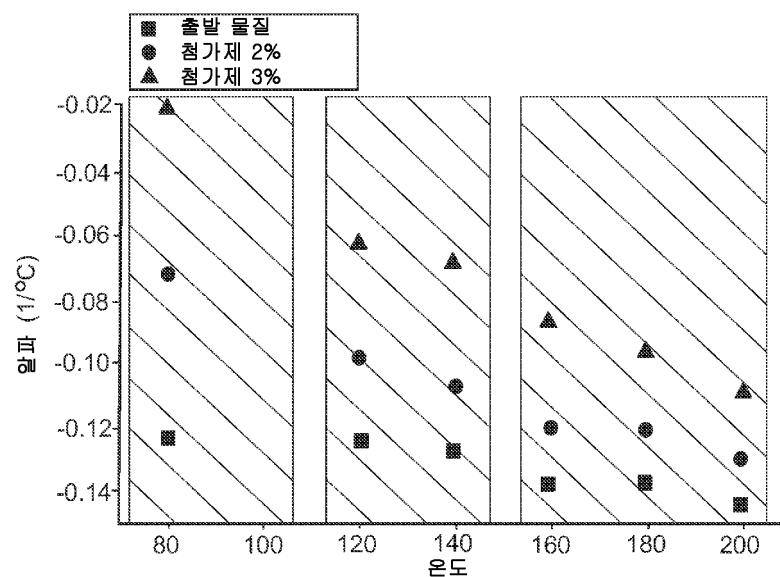
1000 ↗



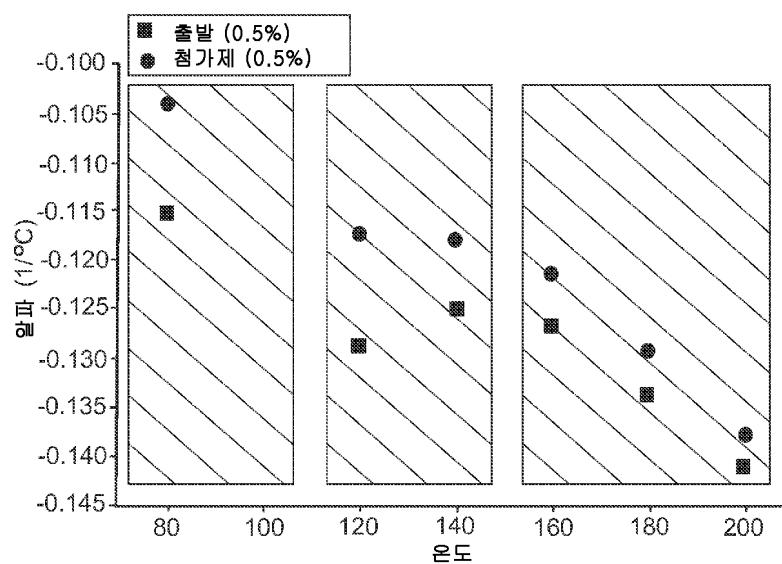
도면11



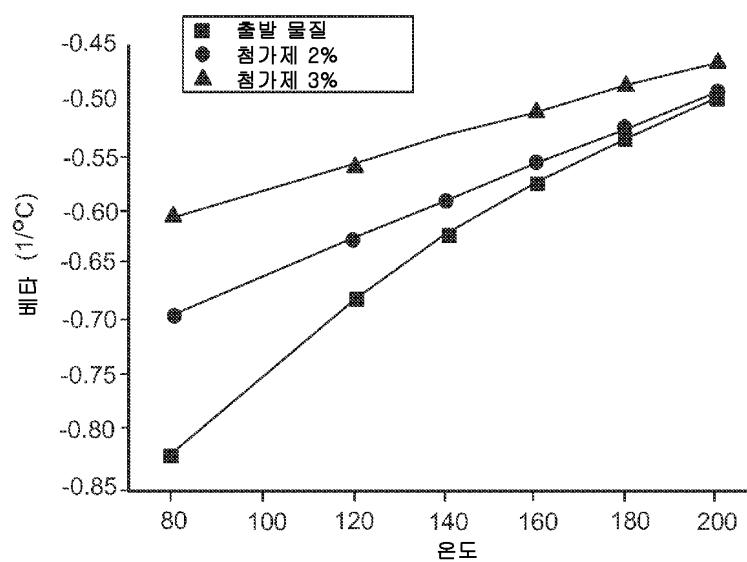
도면12a



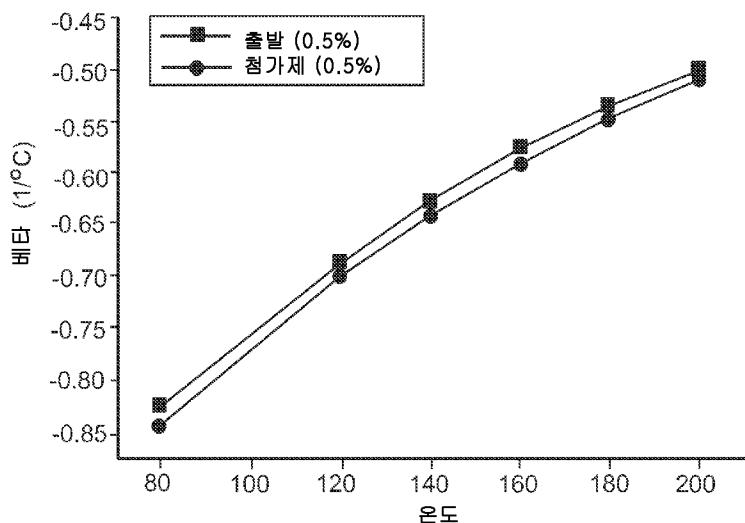
도면12b



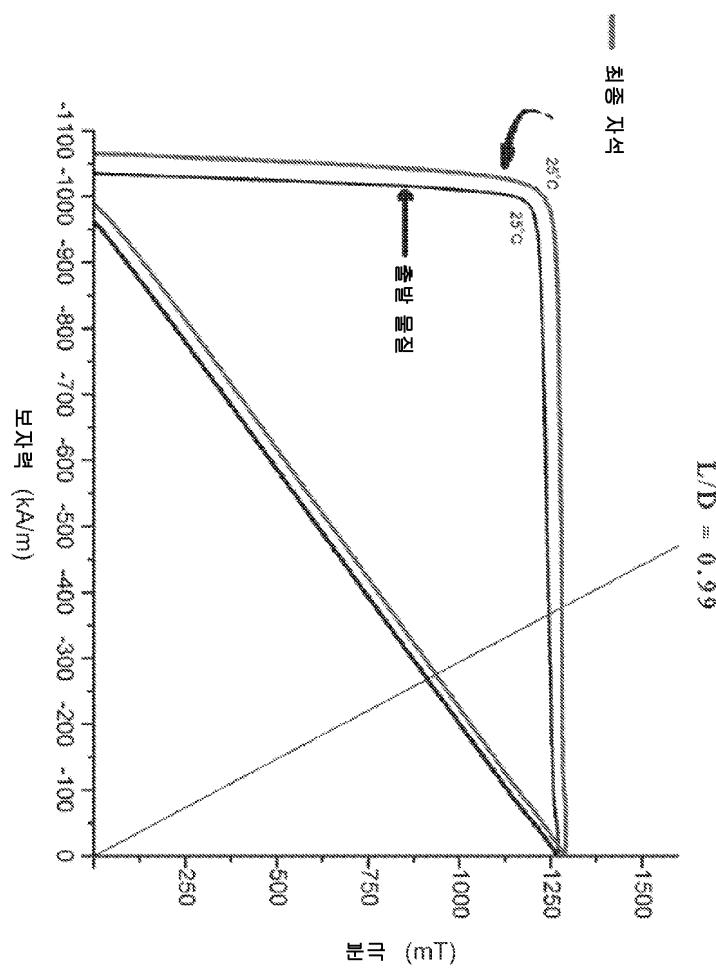
도면13a



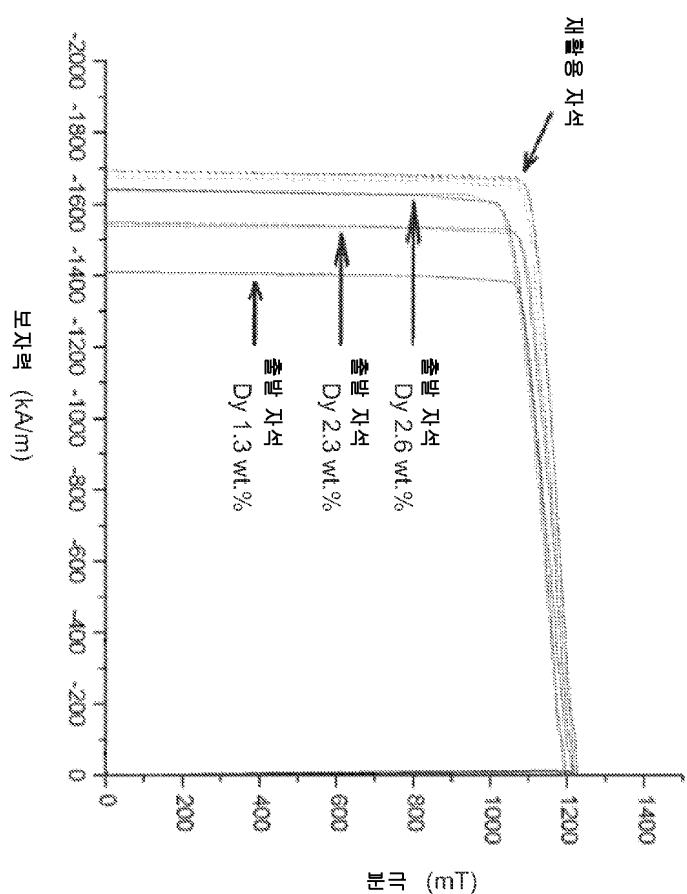
도면13b



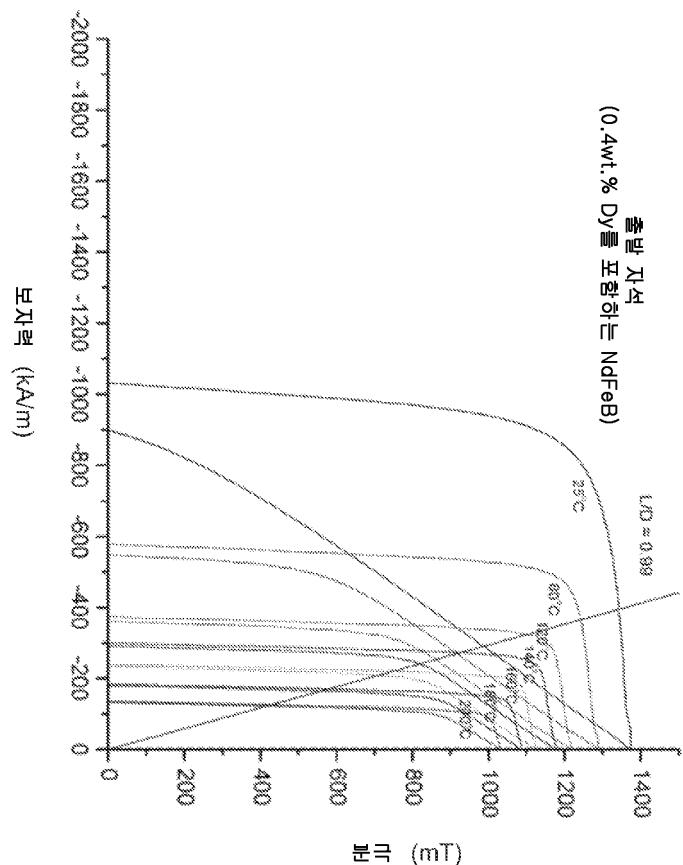
도면14



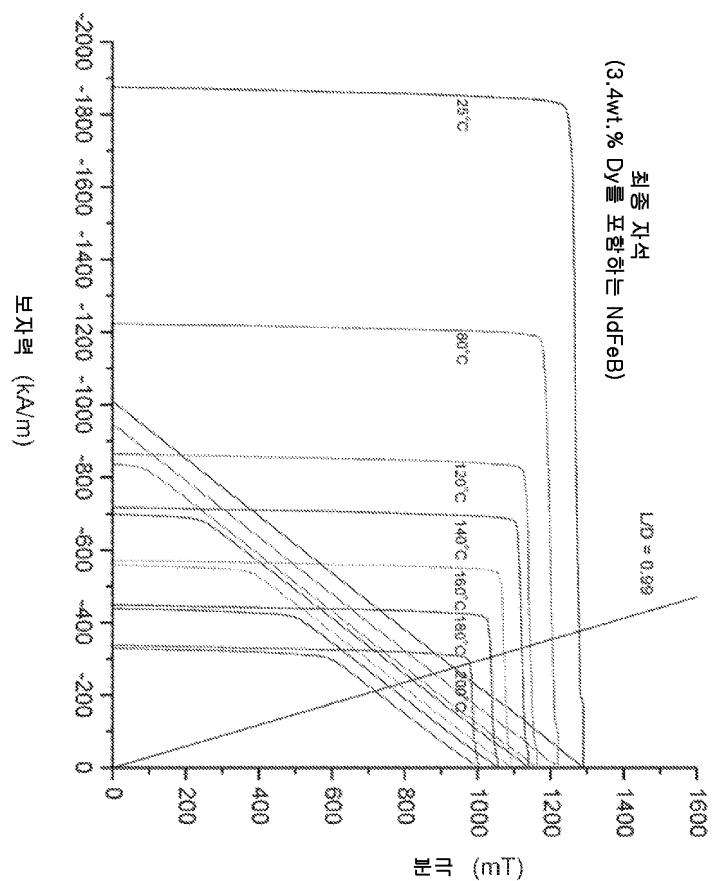
도면15



도면16



도면17



도면18

