



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112680695 B

(45) 授权公告日 2021.09.21

(21) 申请号 202011491685.6

G23C 10/08 (2006.01)

(22) 申请日 2020.12.17

H01F 41/02 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 112680695 A

(56) 对比文件

CN 107546028 A, 2018.01.05

CN 111441025 A, 2020.07.24

(43) 申请公布日 2021.04.20

CN 105755441 A, 2016.07.13

(73) 专利权人 中国科学院力学研究所

JP 6385551 B1, 2018.09.05

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

CN 108950503 A, 2018.12.07

CN 103572217 A, 2014.02.12

(72) 发明人 夏原 许亿 李光

CN 105185498 A, 2015.12.23

CN 105177598 A, 2015.12.23

(74) 专利代理机构 北京和信华成知识产权代理
事务所(普通合伙) 11390

Qing Zhou et al.. Properties

代理人 焦海峰

improvement and structural optimization of sintered NdFeB magnets by non-rare earth compound grain boundary diffusion. 《Materials and Design》.2015,第86卷第114-120页.

(51) Int. Cl.

G23C 14/16 (2006.01)

G23C 14/06 (2006.01)

G23C 14/18 (2006.01)

G23C 14/35 (2006.01)

G23C 14/58 (2006.01)

审查员 王慧萍

权利要求书2页 说明书7页 附图2页

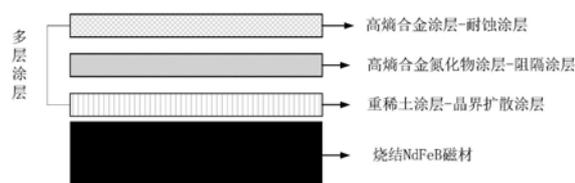
(54) 发明名称

一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法

时提高的问题。

(57) 摘要

本发明属于烧结钕铁硼磁材表面工程领域,本发明公开了一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,具体包括如下步骤:(1)镀膜前处理;(2)辉光等离子体清洗;(3)晶界扩散层—重稀土涂层沉积;(4)阻隔层—高熵合金氮化物涂层沉积;(5)耐蚀层—高熵合金涂层沉积;(6)真空热处理;(7)待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。该方法采用磁控溅射在烧结NdFeB磁材表面制备一种新型多层涂层,其中最底层:采用重稀土涂层作为晶界扩散涂层;最外层:采用高熵合金涂层作为耐蚀涂层;中间层:采用高熵合金氮化物涂层作为阻隔涂层。三种涂层所组成的多层涂层在经过真空热处理后,可解决烧结NdFeB矫顽力和耐蚀性无法同



1. 一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,具体包括如下步骤:

(1) 镀膜前处理:对烧结NdFeB磁材依次进行除锈、抛光以及超声清洗,随后干燥处理;

(2) 辉光等离子体清洗:将NdFeB磁材固定于真空室工件架上并对腔体进行抽真空至 $<8 \times 10^{-3}$ Pa;向真空腔体通入Ar并调节流量,控制真空室气压为1~3Pa;给工件架加载负偏压,并设定预定的电压值、频率及占空比,清洗5-10min;

(3) 晶界扩散层—重稀土涂层沉积:辉光等离子体清洗结束后,调整Ar流量,控制真空室气压为0.3Pa~1.5Pa,将工件架转动至磁材面对重稀土靶材,开启磁控溅射电源,溅射重稀土靶材,于此同时开启高温加热装置,给工件架加载负偏压,沉积时间30-90min;

(4) 阻隔层—高熵合金氮化物涂层沉积:关闭溅射重稀土靶的磁控溅射电源,保持真空腔体气氛不变,并缓慢通入N₂,流量值为2sccm-20sccm,将工件转动至磁材面对AlCrTiVZr高熵合金靶材,开启磁控溅射电源,溅射高熵合金靶材,于此同时开启高温加热装置,给工件架加载负偏压,沉积时间10-60min;

(5) 耐蚀层—高熵合金涂层沉积:在步骤(4)的基础上保持溅射条件不变,同步开启高温加热装置,并逐渐停止N₂通入,给工件架加载负偏压,沉积时间60-120min;

(6) 真空热处理:完成NdFeB磁材表面涂层沉积后,将磁材放入真空热处理炉进行热处理;

(7) 待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。

2. 根据权利要求1所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,所述步骤(2)中的具体参数范围:电压值-500~-800V,频率40Khz,占空比20%~90%。

3. 根据权利要求1所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,所述步骤(3)中重稀土靶材设置为Dy或Tb或其合金,磁控溅射电源设定参数范围:溅射电流1-10A,频率为40Khz,占空比50%-90%;其负偏压具体参数范围为:电压值0V~-1000V,频率40Khz,占空比20%~90%;所述高温加热装置温度参数范围为:100°C-650°C。

4. 根据权利要求1所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,所述步骤(4)中其中磁控溅射电源设定参数范围:溅射电流1-10A,频率为40Khz,占空比50%-90%;其负偏压具体参数范围为:电压值0V~-200V,频率40Khz,占空比20%~90%;所述高温加热装置温度参数范围为:50°C-300°C。

5. 根据权利要求1所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,所述步骤(5)中磁控溅射电源设定参数范围:溅射电流1-10A,频率为40Khz,占空比50%-90%;其负偏压具体参数范围为:电压值-50V~-200V,频率40Khz,占空比20%~90%;所述高温加热装置温度参数范围为:50°C-300°C。

6. 根据权利要求1所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,所述步骤(6)中热处理参数范围为:扩散温度800°C-900°C,时间为5-10h;退火温度为450°C-490°C,时间为4-6小时;真空度小于 10^{-2} Pa。

7. 根据权利要求1-6任意一项所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在於,还设置有磁控溅射装置,磁控溅射装置的上下两端分别设置气管、真空泵组,通过真空泵组控制磁控溅射装置的内腔为真空腔体;磁控溅射装置的两侧对称设置磁控靶座,磁控靶座内壁设置有重稀土Dy靶材及AlCrTiVZr靶材,磁控靶座和磁控溅射电源连接,通过开启磁控溅射电源,溅射靶材;工件架通过电路和偏压电源连接,通过偏压电源给工件

架加载负偏压;磁控溅射装置的内部设置工件架,工件架上放置烧结NdFeB磁材,工件架的上方设置高温加热装置,通过高温加热装置对工件架上的烧结NdFeB磁材加热。

8.根据权利要求1-6任意一项所述一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,其特征在于,所述高温加热装置包括无氧铜基板,无氧铜基板上等间距排布设置有钽加热丝,钽加热丝与真空室外部的直流电源连接,无氧铜基板的侧壁设置有热电偶,热电偶和真空室外部的温度显示器相连。

一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法

技术领域

[0001] 本发明属于烧结钕铁硼磁材表面工程领域,具体涉及一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法。

背景技术

[0002] 作为第三代稀土永磁材料,烧结钕铁硼(NdFeB)磁材广泛应用于电子通讯、交通能源、计算机等领域。尤其是全球新能源电动汽车替代传统燃油汽车的发展趋势极大促进了稀土永磁电机NdFeB磁材的需求。然而,NdFeB磁材在稀土永磁电机中的应用仍然面临着两大亟需解决的问题:腐蚀和热稳定性。首先,烧结NdFeB磁材具有多相组织,活性钕相易发生腐蚀,磁体表面所形成的疏松氧化物难以对其提供防护。工业上普遍采用电镀和化学镀防护其表面,但均存在环保及技术指标问题。其次,目前NdFeB磁体矫顽力只达到理论值的 $1/4\sim 1/3$,因此其热稳定性较差。而稀土永磁电机通常运行于一个较高温度环境中,磁材会因热稳定性差导致磁性能大幅下降甚至完全失效。在合金中掺杂 Dy或Tb等重稀土可大幅度提高矫顽力,但由于Dy或Tb与Fe发生反铁磁耦合作用,使得磁体因剩磁下降损失部分磁能积。此外,Dy、Tb原材料价格较高,也将显著提高磁材生产成本。

[0003] 近年来,磁控溅射技术凭借其高效沉积、致密膜层、高附着力以及绿色环保等特性在提高烧结NdFeB磁材矫顽力和耐蚀性方面备受业界关注。一方面,在磁材表面沉积重稀土(如Dy、Tb等)涂层,随后进行真空热处理。在高温下重稀土元素沿晶界渗入磁体,且取代主相晶粒边界处的Nd原子形成一层(Dy,Nd) $2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 薄壳层,提高了主相外围区域的各项异性场,有效降低重稀土的使用量并避免剩磁的下降,同时提高矫顽力。另一方面,采用磁控溅射技术在磁材表面制备致密耐蚀涂层可实现其耐蚀性的大幅提高。

[0004] 然而,现有工艺中提高NdFeB磁材矫顽力和耐蚀性是两道独立、不连续的工序。第一道工序为在磁材表面采用磁控溅射沉积重稀土涂层,随后进行真空热处理。由于磁材往往需要 850°C 以上才可进行重稀土元素的晶界扩散,在此温度下表面涂层的完整性被破坏甚至脱落,因此在第二道工序即制备耐蚀涂层之前,必须对磁材表面进行再一次的研磨、抛光和超声清洗方可保证耐蚀涂层的附着力。这使得整个生产流程无法连续化、工序复杂、生成成本增加,也无法实现矫顽力和耐蚀性的同时提高。

发明内容

[0005] 针对现有技术中存在的磁材无法实现矫顽力和耐蚀性的同时提高的技术问题,本发明的目的在于提供一种同时提高烧结钕铁硼(NdFeB)磁材矫顽力和耐蚀性的方法。该方法采用磁控溅射在烧结NdFeB磁材表面制备一种多层涂层,三种涂层所组成的多层涂层在经过真空热处理后,可解决烧结NdFeB 矫顽力和耐蚀性无法同时提高的问题。

[0006] 本发明采取的技术方案为:

[0007] 一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,具体包括如下步骤:

[0008] (1) 镀膜前处理;

- [0009] (2) 辉光等离子体清洗;
- [0010] (3) 晶界扩散层—重稀土涂层沉积;
- [0011] (4) 阻隔层—高熵合金氮化物涂层沉积;
- [0012] (5) 耐蚀层—高熵合金涂层沉积;
- [0013] (6) 真空热处理;
- [0014] (7) 待样品冷却至室温。
- [0015] 一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,具体包括如下步骤:
- [0016] (1) 镀膜前处理:对烧结NdFeB磁材依次进行除锈、抛光以及超声清洗,随后干燥处理;
- [0017] (2) 辉光等离子体清洗:将NdFeB磁材固定于真空室工件架上并对腔体进行抽真空至 $<8 \times 10^{-3}$ Pa;向真空腔体通入Ar并调节流量,控制真空室气压为1~3Pa;给工件架加载负偏压,并设定预定的电压值、频率及占空比,清洗5-10min;
- [0018] (3) 晶界扩散层—重稀土涂层沉积:辉光等离子体清洗结束后,调整Ar流量,控制真空室气压为0.3Pa~1.5Pa,将工件架转动至磁材面对重稀土靶材,开启磁控溅射电源,溅射重稀土靶材,于此同时开启高温加热装置,给工件架加载负偏压,沉积时间30-90min;此步骤为多层涂层的最内层-重稀土涂层的沉积,其用于重稀土晶界扩散以实现矫顽力的提高。
- [0019] (4) 阻隔层—高熵合金氮化物涂层沉积:关闭溅射重稀土靶的磁控溅射电源,保持真空腔体气氛不变,并缓慢通入 N_2 ,流量值为2sccm-20sccm,将工件转动至磁材面对AlCrTiVZr高熵合金靶材,开启磁控溅射电源,溅射高熵合金靶材,于此同时开启高温加热装置,给工件架加载负偏压,沉积时间10-60 min;此步骤为多层涂层的中间层-高熵合金氮化物涂层沉积,其可在真空热处理过程中阻止重稀土向最外层耐蚀涂层的扩散,避免耐蚀涂层的失效。
- [0020] (5) 耐蚀层—高熵合金涂层沉积:在步骤(4)的基础上保持溅射条件不变,同步开启高温加热装置,并逐渐停止 N_2 通入,给工件架加载负偏压,沉积时间60-120min;此步骤为多层涂层的最外层-高熵合金涂层沉积,其可对磁材进行防护,提高耐蚀性能。
- [0021] (6) 真空热处理:完成NdFeB磁材表面涂层沉积后,将磁材放入真空热处理炉进行热处理;
- [0022] (7) 待样品冷却至室温,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。
- [0023] 进一步的,所述步骤(2)中的具体参数范围:电压值-500~-800V,频率40Khz,占空比20%~90%。
- [0024] 进一步的,所述步骤(3)中重稀土靶材设置为Dy或Tb或其合金,磁控溅射电源设定参数范围:溅射电流1-10A,频率为40Khz,占空比50%-90%;其负偏压具体参数范围为:电压值0V~-1000V,频率40Khz,占空比20%~90%;所述高温加热装置温度参数范围为:100℃-650℃。该步骤通过调节负偏压、高温加热装置温度和磁控溅射电源参数可控制重稀土沉积和等离子体渗重稀土在此步骤中的占比以及沉积效率。
- [0025] 由于在工件架上安装了高温加热装置,因此可通过调节负偏压、高温加热装置温度和磁控溅射电源参数来控制重稀土沉积和等离子体渗重稀土在此步骤中的占比,磁控溅射装置在工件架上安装高温加热装置的特殊设计方式,可实现对基体式样进行单独加热,

避免了对整个真空室整体加热导致资源浪费且加热温度达不到设定要求的问题,同时该方法也可将式样加热至更高的一个温度。

[0026] 进一步的,所述步骤(4)中其中磁控溅射电源设定参数范围:溅射电流1-10A,频率为40Khz,占空比50%-90%;其负偏压具体参数范围为:电压值 0V~-200V,频率40Khz,占空比20%~90%;所述高温加热装置温度参数范围为:50℃-300℃。该步骤中通过调节N₂流量、负偏压、高温加热装置温度和磁控溅射电源参数可调整高熵合金氮化物涂层的N元素比例、晶体结构以及致密性,从而提高其阻隔性能。

[0027] 进一步的,所述步骤(5)中磁控溅射电源设定参数范围:溅射电流1-10A,频率为40Khz,占空比50%-90%。其负偏压具体参数范围为:电压值-50V~-200V,频率40Khz,占空比20%~90%;所述高温加热装置温度参数范围为:50℃-300℃。该步骤通过调节负偏压、高温加热装置温度和磁控溅射电源参数可诱导高熵合金涂层非晶化,降低其缺陷密度,从而提高其耐蚀性。

[0028] 进一步的,所述步骤(6)中热处理参数范围为:扩散温度800℃-900℃,时间为5-10h;退火温度为450℃-490℃,时间为4-6小时;真空度小于10⁻²Pa。

[0029] 进一步的,制备得到的烧结NdFeB磁材自内而外依次包括晶界扩散层、阻隔层和耐蚀层三层,所述晶界扩散层为重稀土涂层沉积层;所述阻隔层为高熵合金氮化物涂层沉积层;所述耐蚀层为高熵合金涂层沉积层。

[0030] 进一步的,还设置有磁控溅射装置,磁控溅射装置的上下两端分别设置气管、真空泵组,通过真空泵组控制磁控溅射装置的内腔为真空腔体;磁控溅射装置的两侧对称设置磁控靶座,磁控靶座内壁设置有重稀土Dy靶材以及 AlCrTiVZr靶材,磁控靶座和磁控溅射电源连接,通过开启磁控溅射电源,溅射靶材;工件架通过电路和偏压电源连接,通过偏压电源给工件架加载负偏压;磁控溅射装置的内部设置工件架,工件架上放置烧结NdFeB磁材,工件架的上方设置高温加热装置,通过高温加热装置对工件架上的烧结NdFeB磁材加热。

[0031] 更进一步的,所述高温加热装置包括无氧铜基板,无氧铜基板上等间距排布设置有钽加热丝,钽加热丝与真空室外部的直流电源连接,无氧铜基板的侧壁设置有热电偶,热电偶和真空室外部的温度显示器相连。

[0032] 本发明的有益效果为:

[0033] (1) 多层涂层的结构设计

[0034] 提出了重稀土涂层+阻隔涂层+耐蚀涂层的多层涂层结构。其中重稀土涂层为最底层,用于NdFeB磁材的重稀土晶界扩散,提高其矫顽力;最外层为耐蚀涂层,用于NdFeB磁材表面防护,提高其耐蚀性;中间层为阻隔涂层,其可在真空热处理过程中阻止重稀土向最外层耐蚀涂层的扩散,避免耐蚀涂层的失效;基于此,涂层在经过真空热处理后,可同时提高NdFeB磁材矫顽力和耐蚀性。

[0035] (2) 高熵合金耐蚀涂层和高熵合金氮化物阻隔涂层

[0036] 本发明采用AlCrTiVZr高熵合金涂层及其氮化物分别作为耐蚀涂层和阻隔涂层。与传统合金不同,高熵合金涂层由五种或五种以上的等原子比或者近似等原子比元素组成,各元素的原子随机地占据晶格位置,展现出四大独特效应:高熵效应,缓慢扩散效应,严重畸变效应和鸡尾酒效应。AlCrTiVZr高熵合金涂层作为耐蚀涂层:一方面,由于高熵效应

和磁控溅射的“快速淬火”特点,AlCrTiVZr高熵合金涂层易形成非晶结构。由于不存在晶界,其在腐蚀介质中更加稳定。同时由于高熵效应和缓慢扩散效应,AlCrTiVZr高熵合金在真空热处理过程中可稳定其晶体结构;另一方面,涂层元素包含Al、Cr耐蚀元素,可促进钝化膜的形成,提高涂层的耐蚀性能。而(AlCrTiVZr)N作为阻隔涂层:由于存在严重的晶格畸变效应,消除了扩散通道,从而有效抑制重稀土原子的扩散,提供优异的扩散阻挡性。此外,由于涂层中N元素的掺入,可对晶界进行填充以降低缺陷密度,从而减少扩散通道,进一步提高其阻隔性能。

[0037] (3) 等离子体渗重稀土

[0038] 本发明提出在工件加上安装高温加热装置,并在加热的同时,采用磁控溅射在烧结NdFeB表面沉积重稀土涂层,此方法不仅可实现重稀土涂层沉积,也可实现等离子体渗重稀土。其中,如需在第三步重稀土涂层沉积中使等离子体渗重稀土占主导,则需要偏压电源设为高偏压和高占空比、磁控电源设为低溅射电流和低占空比、高温条件。在此条件下,离子轰击烧结NdFeB表面为其创造了一个高度活化的表面,有利于重稀土元素的吸附和渗入,形成高的浓度梯度;离子轰击使工件表层形成高密度空位和位错区;轰击离子动能大部分转变为热能,可造成局部瞬间高温;在这三个效应的共同作用下可加速重稀土元素向烧结NdFeB晶界扩散,从而提高晶界扩散效率。

附图说明

[0039] 图1是本发明中多层涂层整体结构示意图;

[0040] 图2是本发明实施例2中表面处理烧结NdFeB样品(M1)与无表面处理烧结NdFeB样品(M2)的退磁曲线及磁性能结果对比图;

[0041] 图3是本发明实施例3中表面处理烧结NdFeB样品(M3)与无表面处理烧结NdFeB样品(M2)的退磁曲线及磁性能结果对比图;

[0042] 图4是本发明中磁控溅射装置示意图;

[0043] 图5是本发明中磁控溅射装置内部的高温加热装置的结构示意图;

[0044] 其中,1、气管;2、AlCrTiVZr靶;3、重稀土Dy靶材;4、磁控靶座;5、烧结NdFeB磁材;6、高温加热装置;7、工件架;8、真空泵组;9、偏压电源;10、磁控溅射电源;11、真空腔体;12、无氧铜基板;13、钽加热丝;14、直流电源;15、热电偶;16、温度显示器。

具体实施方式

[0045] 下面结合附图进一步说明本发明。

[0046] 实施例1

[0047] 一种同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法,具体包括如下步骤:

[0048] (1) 镀膜前处理;

[0049] (2) 辉光等离子体清洗;

[0050] (3) 晶界扩散层—重稀土涂层沉积;

[0051] (4) 阻隔层—高熵合金氮化物涂层沉积;

[0052] (5) 耐蚀层—高熵合金涂层沉积;

[0053] (6) 真空热处理;

[0054] (7) 待样品冷却至室温。

[0055] 该方法采用磁控溅射在烧结NdFeB磁材表面制备一种多层涂层,如图 1所示,制备得到的多层涂层整体结构如图1所示,其中最底层:采用重稀土涂层(Dy或Tb或其合金)作为晶界扩散涂层;最外层:采用高熵合金涂层(AlCrTiVZr)作为耐蚀涂层;中间层:采用高熵合金氮化物涂层(AlCrTiVZr)N作为阻隔涂层。三种涂层所组成的多层涂层在经过真空热处理后,可解决烧结NdFeB矫顽力和耐蚀性无法同时提高的问题。

[0056] 实施例2

[0057] 本实施例中,选择尺寸25mm*25mm*3mm,牌号为52N的烧结NdFeB磁铁。采用磁控溅射技术在其表面依次沉积Dy涂层、(AlCrTiVZr)N涂层、AlCrTiVZr 涂层,随后进行真空热处理。具体过程如下:

[0058] (1) 镀膜前处理。对烧结NdFeB磁材依次进行除锈、抛光以及超声清洗,随后干燥处理;

[0059] (2) 辉光等离子体清洗。将NdFeB磁材固定于真空室工件架上并对腔体进行抽真空至 5×10^{-3} Pa;向真空腔体通入Ar并调节流量,使得真空室气压为 1.5Pa;给工件架加载负偏压,并设定预定的电压值、频率及占空比,其具体参数为:电压值-600V,频率40Khz,占空比90%,辉光清洗时间为10min;

[0060] (3) 重稀土涂层沉积。辉光等离子体清洗结束后,调整Ar流量,使得真空室气压为0.8Pa,将工件转动至磁材面对Dy靶材。开启磁控溅射电源,溅射重稀土Dy靶材。其中磁控溅射电源设定参数:溅射电流6A,频率为40Khz,占空比90%。其负偏压具体参数为:电压值-75V,频率40Khz,占空比60%。其高温加热装置温度参数为:150℃。沉积时间40min。此过程重稀土涂层沉积占主导。

[0061] (4) 高熵合金氮化物涂层沉积。关闭溅射Dy靶的磁控溅射电源,保持真空腔体气氛不变,并缓慢通入N₂,流量值为4sccm,将工件转动至磁材面对 AlCrTiVZr靶材,随后开启与AlCrTiVZr高熵合金靶材连接的磁控溅射电源。其中磁控溅射电源设定参数:溅射电流1A,频率为40Khz,占空比50%。其负偏压具体参数为:电压值-75V,频率40Khz,占空比60%。其高温加热装置温度参数为:150℃。沉积时间30min。

[0062] (5) 耐蚀层—高熵合金涂层沉积。保持既有溅射条件不变,并逐渐停止 N₂通入。其中磁控溅射电源设定参数:溅射电流1A,频率为40Khz,占空比 50%。其负偏压具体参数:电压值-50V,频率40Khz,占空比50%。其高温加热装置温度参数为:150℃。沉积时间60min。

[0063] (6) 真空热处理。完成涂层沉积后,将磁材放入真空热处理炉进行热处理。其热处理参数为:扩散温度830℃,时间为5h;退火温度为450℃,时间为4小时;真空度小于 10^{-2} Pa。

[0064] (7) 待样品冷却至室温后,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。

[0065] 首先采用脉冲磁场磁强计对此批次样品进行磁性能检测。图2展示了此批次样品和对比样品(无任何处理)的退磁曲线及磁性能检测结果。从中可以看出,与无任何处理的烧结NdFeB磁材相比,经本发明技术方案处理的NdFeB 矫顽力提高23.5%,剩磁下降仅为1.1%。

[0066] 采用盐雾试验机对此批次样品进行耐中性盐雾试验,发现经本发明技术方案处理的烧结NdFeB磁材可耐中性盐雾试验250h,远高于传统电镀和化学镀。

[0067] 如图2所示,表面处理样品(M1)与无表面处理样品(M2)的退磁曲线对应的性能测

试数据如下表1所示。

[0068] 表1

序号	剩磁Br (kG)	矫顽力Hc _j (kOe)
M1	14.29	15.19
M2	14.45	12.3

[0070] 实施例3

[0071] 本实施例中,基体与实施例2完全相同,在其表面采用磁控溅射技术依次沉积Dy涂层、(AlCrTiVZr)N涂层、AlCrTiVZr涂层,随后进行真空热处理。具体过程如下:

[0072] (1) 与实施例2中的步骤1完成相同;

[0073] (2) 与实施例2中的步骤2完全相同;

[0074] (3) 重稀土涂层沉积。辉光等离子体清洗结束后,调整Ar流量,使得真空室气压为0.5Pa,将工件转动至磁材面对Dy靶材。开启磁控溅射电源,溅射重稀土Dy靶材。其中磁控溅射电源设定参数为:溅射电流1A,频率为40Khz,占空比50%。其负偏压具体参数:电压值-700V,频率40Khz,占空比90%。其高温加热装置温度参数为:500℃。沉积时间60min。此过程,等离子体渗重稀土占主导。

[0075] (4) 高熵合金氮化物涂层沉积。关闭溅射Dy靶的磁控溅射电源,保持真空腔体气氛不变,并缓慢通入N₂,流量值为16sccm,将工件转动至磁材面对 AlCrTiVZr高熵合金靶材,随后开启与AlCrTiVZr高熵合金靶材连接的磁控溅射电源。其中磁控溅射电源设定参数为:溅射电流5A,频率为40Khz,占空比90%。其负偏压具体参数为:电压值-150V,频率40Khz,占空比90%。其高温加热装置温度参数范围为:200℃。沉积时间60min。

[0076] (5) 耐蚀层—高熵合金涂层沉积。保持既有的溅射条件不变,并逐渐停止N₂通入。其中磁控溅射电源设定参数:溅射电流5A,频率为40Khz,占空比90%。其负偏压具体参数:电压值-100V,频率40Khz,占空比90%。其高温加热装置温度参数范围为:200℃。沉积时间100min。

[0077] (6) 真空热处理。完成涂层沉积后,将磁材放入真空热处理炉进行热处理。其热处理参数为:扩散温度850℃,时间为7h;退火温度450℃,时间为4小时;真空度小于10⁻²Pa。

[0078] (7) 待样品冷却至室温后,取出样品,完成对烧结NdFeB磁材的处理。

[0079] 首先采用脉冲磁场磁强计对此批次样品进行磁性能检测。如图3展示了此批次样品和对比样品(无任何处理)的退磁曲线及磁性能检测结果。从中可以看出,与无任何处理的烧结NdFeB磁材相比,经过本发明技术方案处理的NdFeB 矫顽力提高38.5%,剩磁下降仅为1.5%。

[0080] 采用盐雾试验机对此批次样品进行耐中性盐雾试验,发现经本发明技术方案处理的烧结NdFeB磁材可耐中性盐雾试验500h,远高于传统电镀和化学镀。

[0081] 如图3所示,表面处理样品(M3)与无表面处理样品(M2)的退磁曲线对应的性能测试数据表格如下表2所示。

[0082] 表2

序号	剩磁Br (kG)	矫顽力Hc _j (kOe)
M3	14.24	17.04
M2	14.45	12.3

[0084] 综上所述,本发明提出在烧结NdFeB表面磁控溅射重稀土涂层+高熵合金氮化物阻隔涂层+高熵合金耐蚀涂层这种结构的多层涂层,并随后对其进行真空热处理。基于此方法,烧结NdFeB矫顽力和耐蚀性同时得以提高。与现有的技术相比,可减少生产工序、降低生成成本和提高NdFeB磁材生产流程的连续性。

[0085] 实施例4

[0086] 在实施例1、实施例2和实施例3的基础上,如图4所示,一种基于同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性的方法的磁控溅射装置,磁控溅射装置的上下两端分别设置气管、真空泵组,通过真空泵组控制磁控溅射装置的内腔为真空腔体;磁控溅射装置的两侧对称设置磁控靶座,磁控靶座内壁设置有重稀土 Dy靶材以及AlCrTiVZr靶材,磁控靶座和磁控溅射电源连接,通过开启磁控溅射电源,溅射靶材;工件架通过电路和偏压电源连接,通过偏压电源给工件架加载负偏压;磁控溅射装置的内部设置工件架,工件架上放置烧结NdFeB 磁材,工件架的上方设置高温加热装置,通过高温加热装置对工件架上的烧结 NdFeB磁材加热。

[0087] 如图5所示,高温加热装置包括无氧铜基板,无氧铜基板上等间距排布设置有钨加热丝,钨加热丝与真空室外部的直流电源连接,无氧铜基板的侧壁设置有热电偶,热电偶和真空室外部的温度显示器相连。

[0088] 具体运行过程为:

[0089] 将NdFeB磁材固定于真空室工件架上,开启真空泵组,控制磁控溅射装置的内腔为真空腔体,高温加热装置的直流电源接通,无氧铜基板上的钨加热丝对工件架上的NdFeB磁材进行加热,通过热电偶测温元件直接测量工件架上的NdFeB磁材的温度,通过真空室外部的温度显示器进行实时显示,以精确控制加热温度;接通偏压电源,通过偏压电源给工件架加载负偏压;同时接通磁控溅射电源,溅射重稀土Dy靶材,随后采用磁控溅射技术在其表面依次沉积高熵合金氮化物涂层((AlCrTiVZr)N)、高熵合金涂层(AlCrTiVZr),随后进行真空热处理。

[0090] 本发明中的磁控溅射装置布局合理,为涂层提供了加工空间,同时能满足涂层生产所需的相应的指标要求;其内部设置有高温加热装置,通过高温加热装置对基体式样进行单独加热,避免了对整个真空室整体加热导致资源浪费且加热温度达不到设定要求的问题,与常规技术相比,该方法控制精确度高,且可将式样加热至更高的一个温度,使最终制备得到的材料同时提高烧结钕铁硼矫顽力和耐蚀性。

[0091] 以上所述并非是对本发明的限制,应当指出:对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明实质范围的前提下,还可以做出若干变化、改型、添加或替换,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

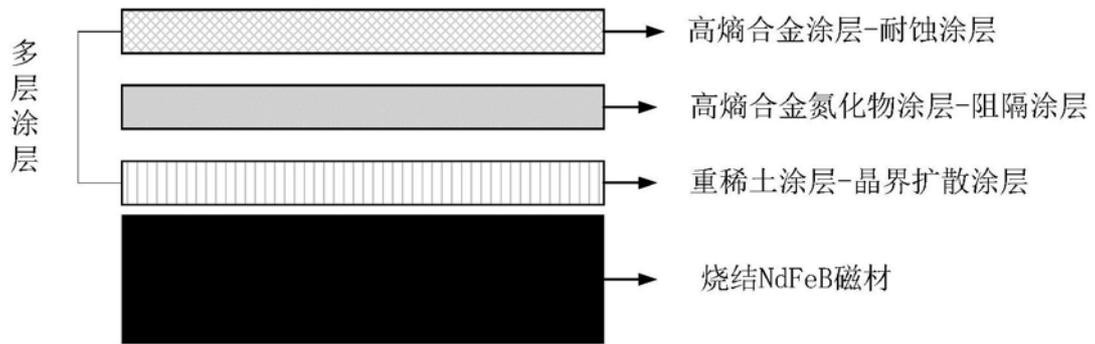


图1

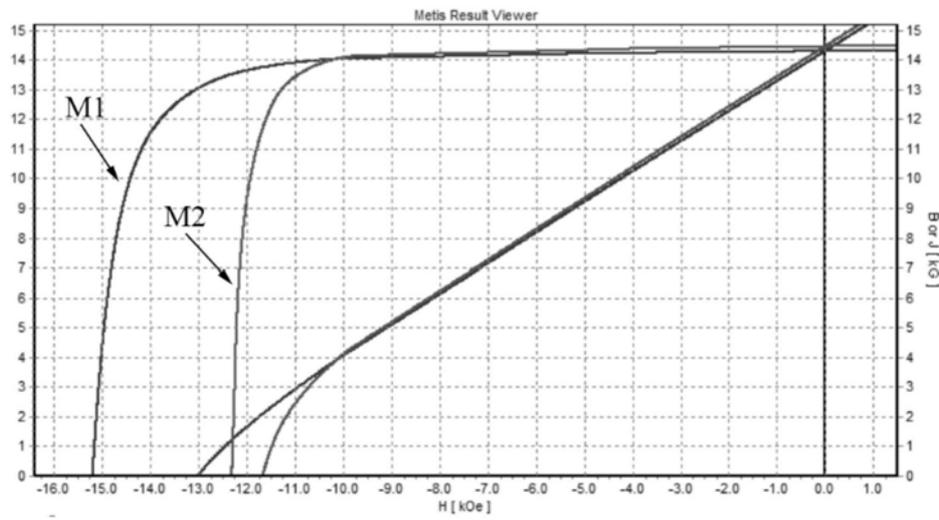


图2

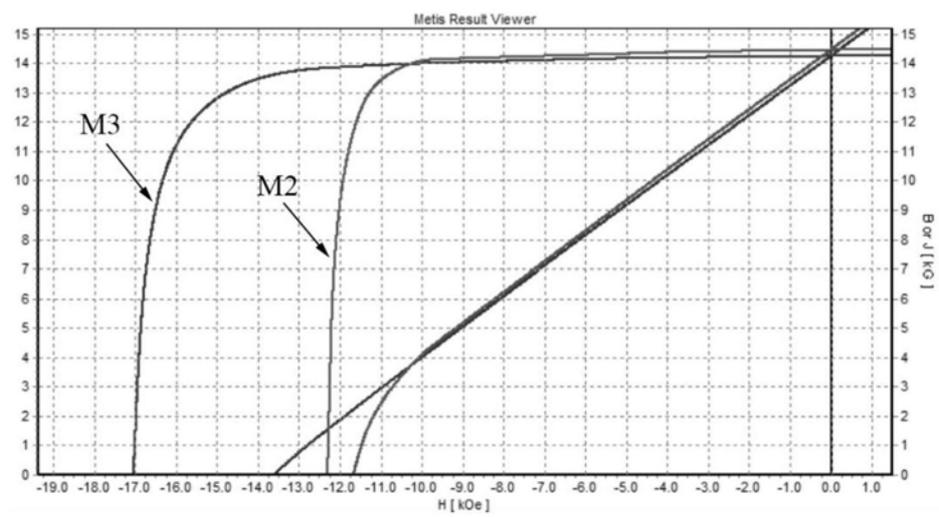


图3

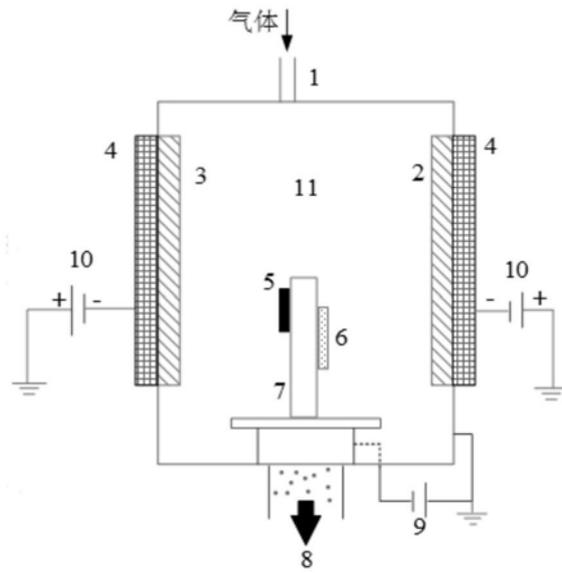


图4

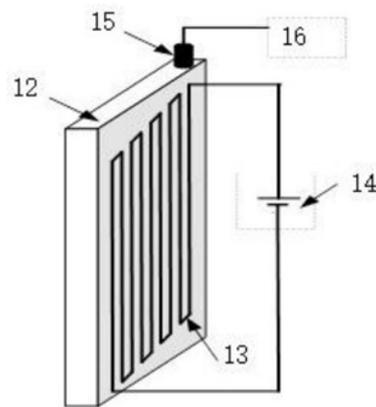


图5