

(12) МЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В
СООТВЕТСТВИИ С ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(19) Всемирная Организация
Интеллектуальной Собственности
Международное бюро

(43) Дата международной публикации
27 июля 2023 (27.07.2023)



(10) Номер международной публикации
WO 2023/140753 A1

(51) Международная патентная классификация:
H01F 41/00 (2006.01) B09B 3/00 (2022.01)

[RU/RU]; ул. Промышленная, 4, строение 1, этаж 1
Москва, г. Троицк, 108840, Moscow, g. Troitsk (RU).

(21) Номер международной заявки: PCT/RU2023/000011

(72) Изобретатель: **ТИШИН, Александр Метталлинович**
(TISHIN, Alexander Mettalinovich); Проспект Вернадского, 37, корп. 1а, кв. 7 Москва, 119415, Moscow (RU).

(22) Дата международной подачи:
17 января 2023 (17.01.2023)

(25) Язык подачи: Русский

(81) Указанные государства (если не указано иначе, для каждого вида национальной охраны): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH,

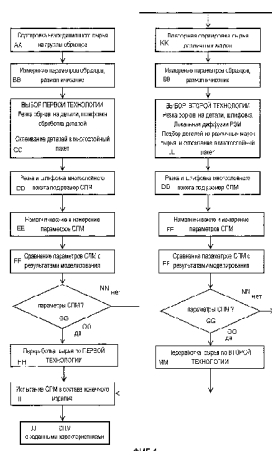
(26) Язык публикации: Русский

(30) Данные о приоритете:
2022101188 19 января 2022 (19.01.2022) RU

(71) Заявитель: **ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "АМПЕРМАГНИТ"**
(OBSHCHESTVO S OGRANICHENNOJ OTVETSTVENNOSTYU "AMPERMAGNIT")

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING SEGMENTED PERMANENT MAGNETS FROM LOW-GRADE MAGNETICALLY HARD SINTERED RAW MATERIAL

(54) Название изобретения: СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЕГМЕНТИРОВАННЫХ ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ ИЗ НЕКОНДИЦИОННОГО МАГНИТОТВЕРДОГО СПЕЧЕННОГО СЫРЬЯ



AA Sort low-grade raw material into groups of specimens
BB Measure parameters of specimens, demagnetize specimens
CC SELECT FIRST TECHNIQUE: cut specimens into parts, grind and treat parts. Glue parts into multi-layer stack.
DD Cut and grind multi-layer stack to the size of an SPM
EE Magnetize the SPM and measure its parameters
FF Compare parameters of the SPM with modeling results
GG SPM parameters?
HH Treat raw material using FIRST TECHNIQUE
II Test the SPM with an end product
JJ SPM with set characteristics
KK Perform secondary sorting of raw material of different grades
LL SELECT SECOND TECHNIQUE: cut specimens into parts, grind. Locally diffuse rare earth metals. Select parts made from raw material of different grades and glue into multi-layer stack.
MM Treat raw material using SECOND TECHNIQUE
NN No
OO Yes

(57) Abstract: A method for treating low-grade magnetically hard sintered raw material for the manufacture of segmented permanent magnets (SPMs) includes carrying out primary sorting of specimens of raw material into groups according to geometric characteristics and external appearance, taking into account desired SPM parameters; obtaining sample measurements of magnetic, chemical and microstructural parameters and performing a HAST test to determine the possibility in principle of manufacturing an SPM; and manufacturing a pilot batch of SPMs, which includes cutting the specimens into parts having a set configuration, gluing the parts into a multi-layer stack, cutting and grinding the surface of the obtained multi-layer stack to a set size, and applying a protective coating to the surface of the obtained SPM. If the SPM does not meet the desired characteristics, the specimens of raw material are subjected to secondary sorting into subgroups according to magnetic, chemical and microstructural parameters and, during manufacture, the arrangement and orientation of individual parts with different magnetic characteristics within the multi-layer stack under formation are additionally selected with a view to obtaining the desired overall magnetic characteristics. The result is the efficient treatment of recyclable material and a broadening of the range of semi-finished products.

(57) Реферат: Способ переработки некондиционного магнитотвердого спеченного сырья для изготовления сегментированных постоянных магнитов (СПМ) включает первичную сортировку образцов сырья на группы по геометрическим характеристикам и внешнему виду с учетом требуемых параметров СПМ; выборочное измерение магнитных, химических и микроструктурных параметров и проведение HAST теста с определением принципиальной



TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS,
ZA, ZM, ZW.

(84) Указанные государства (если не указано иначе, для каждого вида региональной охраны): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), евразийский (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), европейский патент (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Опубликована:

- с отчётом о международном поиске (статья 21.3)
- до истечения срока для изменения формулы изобретения и с повторной публикацией в случае получения изменений (правило 48.2(h))

возможности изготовления СПМ; изготовление опытной партии СПМ, включающее резку образцов на детали заданной конфигурации, склеивание деталей в многослойный пакет, резку и шлифовку поверхности полученного многослойного пакета под заданный размер и нанесение защитного покрытия на поверхность полученного СПМ. При несоответствии СПМ требуемым характеристикам проводят вторичную сортировку образцов сырья на подгруппы по магнитным, химическим, микроструктурным параметрам и при изготовлении дополнительно проводят подбор схемы размещения и ориентации единичных деталей с различающимися магнитными характеристиками в формируемом многослойном пакете из условия получения требуемых интегральных магнитных характеристик. Обеспечивается эффективность переработки и расширение ассортимента вторичного сырья.

5 **СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЕГМЕНТИРОВАННЫХ ПОСТОЯННЫХ
МАГНИТОВ ИЗ НЕКОНДИЦИОННОГО МАГНИТОТВЕРДОГО
СПЕЧЕННОГО СЫРЬЯ**

Область техники

10 Изобретение относится к переработке вторичного сырья и может быть
использовано при изготовлении постоянных магнитов с заданными параметрами.

Предшествующий уровень техники

Известно, что в процессе изготовления, транспортирования и установки в
15 изделия редкоземельных магнитов (РЗМ), изготовленных методом порошковой
металлургии, образуется большое число бракованных по магнитным параметрам,
размерам, сколам, внешнему виду и защитному покрытию различных магнитных
элементов. К ним относятся также пригодные по магнитным характеристикам, но
имеющие другой типоразмер, а также уже ранее использованные магнитные
20 элементы. Редкоземельные ресурсы – не возобновляемые ресурсы. Чтобы
экономить ресурсы, сократить количество промышленных отходов и защитить
окружающую среду, необходимо повторно использовать названное сырьё и отходы,
и это может даже принести значительные социальные и экономические выгоды.

Описаны способы рециклинга РЗМ посредством различных химико-
25 металлургических методов передела (см. обзор Yongxiang Yang, et al., REE Recovery
from End-of-Life NdFeB Permanent Magnet Scrap: A Critical Review, 2016, J. Sustain.
Metall (DOI 10.1007/s40831-016-0090-4). Так, в изобретении (RU 2097330 С1,
Карманников, 27.11.1997) описано выделение соединений редкоземельных
элементов из отходов производства и применения постоянных магнитов.
30 Включает термообработку отходов при 80-700°C и растворение их в азотной
кислоте. Из полученного раствора, содержащего 0,4-3,0 М азотной кислоты,
экстрагируют сумму РЗЭ в органическую фазу. Эту органическую фазу
используют в качестве исходного раствора для выделения из нее неодима путем
экстракции других РЗЭ с помощью ТБФ. Полученный раствор нитрата неодима

содержит менее 0,05 мас.% других РЗЭ. Извлечение неодима из отходов составляет не менее 95%. В изобретении **JP 2020084331 (A)**, INST JOZEF STEFAN, 04.06.2020, описан более экологически безопасный и экономичный метод переработки лома магнитов NdFeB по истечении срока их службы посредством
5 анодирования. Описаны и другие химические методы повторного использования спеченных гальванизированных отходов из неодима, железа и бора (см., например, **CN 108188146 (A)**, JINGCI MAT SCIENCE CO LTD, 22.06.2018). Попутно рассматриваются технологические приемы отсоединения использованных РЗМ от элементов оборудования путем нагрева в органических растворителях (**JP**
10 **2012064889 (A)**, KOBE STEEL LTD, 29.03.2012), однако сами магниты не модифицируются и используются «как есть».

Вместе с тем, такие методы энергоемки, вредны для экологии, а кроме того, способствуют полной утрате магнитных свойств, а в передел попадают магниты с доброкачественными характеристиками. Особо следует отметить, что
15 металлургический передел полностью уничтожает микроструктуру и запасенную магнитную энергию, на создание которой уже ранее затрачены энергоресурсы на термообработку и намагничивание.

Известна технология изготовления композитного многослойного магнита NdFeB (см., например, **US 9782953 (B2)**, YANTAI SHOUGANG MAGNETIC MAT
20 INC., 10.10.2017; **CN 201745223 U**, YANTAI ZHENGHAI MAGNETIC MATERIAL CO Ltd., 16.02.2011). Технология предусматривает отбор и очистку множества постоянных магнитов, этапы фосфатирования, промывки с использованием спирта для удаления жира и ржавчины после фосфатирования, процесс плазменной очистки, нанесение слоя изоляционного клея толщиной от 1 мкм до 100 мкм на
25 поверхность каждого из постоянных магнитов NdFeB, приложения заданного зажимного давления в диапазоне от 0,1 МПа до 10 МПа, отверждение, обработку до заданного размера, нанесение защитного слоя из эпоксидной и фенольной смолы толщиной от 8 мкм до 50 мкм. Однако не рассматриваются магнитные характеристики как составных элементов, так и полученных из них композитных
30 магнитов. В тоже время подбор магнитных параметров, формы и размеров каждого из слоев композитного магнита, а также использование не только NdFeB, но и одновременно SmCo РЗМ дает возможность обеспечить заданное распределение

магнитного поля в требуемом объеме и повышенные температурные характеристики.

Известны способы переработки некондиционных постоянных магнитов неодим-железо-бор (NdFeB) в элементы с заданными магнитными и геометрическими характеристиками, но без металлургического передела. В том случае, если магнитные характеристики имеют низкие эксплуатационные параметры, магниты подвергают локальной поверхностной диффузии диспрозия и/или тербия с последующим нагревом. Анализ таких процедур описан в частности, в обзоре уровня техники в патенте RU 2423204 C2, ИНТЕРМЕТАЛЛИКС КО. ЛТД. (JP), 10.07.2011.

Наиболее близким к патентуемому является способ, описанный в изобретении JP 2002141239 (A), HIROSE YOICHI, 17.05.2002 – прототип. Способ регенерации магнитов состоит в разметке и последующей резке некондиционного магнита на части, а затем склеивания этих частей в определенном порядке в новый мощный магнит. При этом отмечается, что по сравнению с металлургическим методом энергия, необходимая для разрезания магнита, мала, и можно использовать рутинную технологию, причем потери материала состоят только в припуске на резку. Соответственно, данная технология позволяет получить новый мощный РЗМ с высоким выходом без потребления большого количества энергии.

Однако высокие потребительские качества такого регенерированного магнита, прежде всего, определяются качеством сырья - исходными параметрами микроструктуры магнитотвердого материала, потери массы (относительно начальной), или коррозии, которые могут привести к необратимому изменению магнитных свойств. В этой части требуется детальное исследование представительных выборок используемого сырья, что требует больших временных и человеческих ресурсов и уникального научного оборудования (например, аналитический высокоразрешающий электронный микроскоп с корректором аберраций объектива и приставками EDX и EELS), непредназначенного для серийных заводских исследований. Это связано с тем, что магнитные свойства определяются целым рядом параметров микроструктуры, причем свойствами не только самих зерен, но и целым рядом магнитных, электронных, структурных и химических свойств их границ (фаз обогащённых неодимом) и т.д.. При этом взаимосвязь комплекса данных свойств с основными магнитными

характеристиками, и в первую очередь с величиной коэрцитивной силы, требует дальнейшего детального изучения (T.G. Woodcock, Y. Zhang, G. Hrkac, G. Ciuta, N.M. Dempsey, T. Schrefl, O. Gutfleisch and D. Givord. Understanding the microstructure and coercivity of high performance NdFeB-based magnets - Scripta Materialia 67 (2012), 536–541). Поэтому выявление реально годных магнитов является крайне затруднительным.

Кроме того, прототип ограничен прямоугольной формой регенерированных магнитов с одними и теми же магнитными свойствами (одной марки). В то же время известно, что одним из способов увеличения величины и концентрации магнитной индукции, создаваемой системой постоянных магнитов (снижения величины поля вне магнитной системы) является, например, использование цилиндров Хальбаха (см., например, RU 2466491 C2, ООО "Перспективные магнитные технологии и консультации", 10.11.2012). Однако широкое использование подобных систем ограничено тем, что вектор намагниченности материала цилиндра должен в идеале плавно вращаться в цилиндре создаваемой магнитной системы. На практике такие системы сегментированы и состоят из частей, в которых вектор намагниченности вращается скачкообразно при переходе от одной части к другой. Но даже изготовление таких систем, как правило, производится вырезанием в нужном направлении (направлении намагниченности) каждой такой части из одинаково намагниченных параллелепипедов, что приводит к большому количеству обрезков и существенно увеличивает затраты на изготовление постоянных магнитов (от 30 до 100 и более %) для конечного потребителя.

Раскрытие изобретения

Настоящее изобретение направлено на решение проблемы повышения эффективности, полноты переработки и расширения ассортимента вторичного сырья - некондиционных элементов постоянных магнитов: бракованных по магнитным параметрам, размерам, сколам, внешнему виду и защитному покрытию. К такому сырью относятся пригодные по магнитным характеристикам и микроструктуре, но имеющие несоответствующий типоразмер, а также уже ранее использованные постоянные магниты и системы на их основе. Особое значение это имеет для массовых производств (объемом 100-500 тонн в год) одного и того же крупного (весом 0,1-1,0 кг и более) постоянного магнита с одной и той же

геометрией и магнитными свойствами. Отбраковка из-за сколов или дефектов покрытия может происходить на заключительных стадиях производства (шлифовка и покрытие) практически готовой спеченной заготовки магнита или выведенных из эксплуатации устройств (например, ветрогенераторов), использующих в своем составе 0,6-10 тонн таких постоянных магнитов. Указанное выше резко снижает эффективность производства (например, выход готовой продукции).

Патентуемый способ переработки магнитотвердого спеченного сырья для изготовления сегментированных постоянных магнитов (СПМ) состоит в разметке и последующей резке на части некондиционного магнита, а затем склеивания этих частей в определенном порядке в новый мощный магнит.

Первичная сортировка образцов сырья на группы по геометрическим характеристикам, условиям хранения и внешнему виду проводится с учетом требуемых параметров СПМ и выделением сырья для последующего металлургического передела. Проводится размагничивание при необходимости, выборочное измерение магнитных, химических и микроструктурных параметров, проведение HAST теста и сравнение с начальным чертежом (при наличии) по каждой из отсортированных групп сырья с определением принципиальной возможности изготовления СПМ.

Выбор первой (базовой) технологии и изготовление опытной партии СПМ из каждой пригодной для переработки отсортированной группы, включающей размагничивание при необходимости, очистку поверхности образцов, резку образцов на детали заданной конфигурации, склеивание деталей в многослойный пакет, резку и шлифовку поверхности полученного многослойного пакета под заданный размер и нанесение защитного покрытия на поверхность полученного СПМ. Проводится измерение интегральных магнитных характеристик полученного СПМ, а также систем на их основе и сравнение с требуемыми характеристиками.

При соответствии СПМ и систем на их основе требуемым характеристикам проводят вторичную сортировку образцов сырья на подгруппы по магнитным, химическим, микроструктурным параметрам и HAST тесту для выбранной первой технологии, включающей размагничивание при необходимости, очистку поверхности образцов, резку образцов на детали заданной конфигурации, склеивание деталей в многослойный пакет, резку и шлифовку поверхности

полученного многослойного пакета под размер и нанесение защитного покрытия на поверхность полученных СПМ.

При несоответствии СПМ требуемым характеристикам проводят вторичную сортировку образцов сырья на подгруппы по магнитным, химическим, микроструктурным параметрам и HAST теста для выбранной второй технологии, включающей размагничивание при необходимости, очистку поверхности образцов, резку образцов на детали заданной конфигурации, подбор схемы размещения и ориентации единичных деталей с различающимися магнитными характеристиками в формируемом многослойном пакете из условия получения требуемых интегральных магнитных характеристик, склеивание деталей в многослойный пакет, резку и шлифовку поверхности полученного многослойного пакета под размер и нанесение защитного покрытия на поверхность полученных СПМ.

Способ может характеризоваться тем, что сырьё неодим-железо-бор и самарий-кобальт включает бракованные по магнитным параметрам, размерам, сколам, внешнему виду и защитному покрытию магнитные элементы, а также пригодные по магнитным характеристикам, но имеющие другой типоразмер, а также уже ранее использованные постоянные магниты.

Способ может характеризоваться и тем, что сырьё для последующего металлургического передела, в том числе методами гидрометаллургии, включает отходы от резки и шлифовки деталей и склеенного многослойного пакета, а также бой постоянных магнитов.

Способ может характеризоваться, кроме того, тем, что магнитные параметры включают, но не исчерпываются параметрами кривой размагничивания при температурах $T=+20$ и $+150^{\circ}\text{C}$: коэрцитивной силы по индукции H_{cb} и намагниченности H_{cj} , остаточной индукции B_r , максимального энергетического произведения $(BH)_{\text{макс}}$, областью рабочих температур, температурой Кюри T_C , а также температурными коэффициентами α обратимых изменений величин αB_r , αH_{cb} , αH_{cj} , а также направление оси магнитной текстуры, потокосцепление, магнитный дипольный момент, характер распределения индукции магнитного поля, создаваемой в имитаторе магнитной системы конечного изделия.

Способ может характеризоваться также тем, что единичные детали с различающимися характеристиками остаточной индукции выполняют из сырья

различных марок, при этом количество марок сырья, входящих в один СПМ, составляет от 1 до 5.

Способ может характеризоваться и тем, что после резки образцов детали подвергают процедуре локальной поверхностной диффузии диспрозия и/или тербия.

5 Способ может характеризоваться, также и тем, что резку образцов на детали заданной конфигурации, а также поверхности многослойного пакета под размер осуществляют электроискровым или гидроабразивным методом и/или алмазным диском с последующим механическим и/или химическим устранением продуктов указанной механической обработки.

10 Способ может характеризоваться и тем, что резку осуществляют последовательно в две и более стадий из условия минимизации сколов в зоне распила и требуемого направления намагниченности, при этом на первой стадии проводят резку соединенных друг с другом образцов, а на второй стадии – резку полученных деталей заданного размера для их склеивания в многослойный пакет, а
15 на третьей стадии -резку для формирования требуемого направления оси магнитной текстуры для намагничивания СПМ.

Способ может характеризоваться и тем, что заданная конфигурация деталей выбрана из перечня, включающего, но не исчерпывающего: пластина, параллелепипед, трапециевидная пластина, цилиндр, часть полого цилиндра, в том
20 числе для цилиндров Хальбаха.

Способ может характеризоваться и тем, что склеивание деталей в многослойный пакет осуществляют термостойким клеем, при этом клей наносят на обе склеиваемые поверхности дважды с промежуточной сушкой с последующим соединением деталей в пакет и выдержкой пакета под нагрузкой до отверждения
25 клея, а также тем, что защитное покрытие твердостью Н6 на поверхности многослойного пакета СПМ выполняют из эпоксидного компаунда толщиной от 10 до 35 мкм.

Технический результат – повышение эффективности, полноты переработки вторичного магнитного сырья и расширение ассортимента полуфабрикатов, в том
30 числе бракованных по магнитным параметрам, размерам, сколам, внешнему виду и защитному покрытию элементов различных магнитных систем, а также ранее использованных постоянных магнитов для изготовления эффективных

сегментированных постоянных магнитов и магнитных систем с заданными магнитными и геометрическими характеристиками.

Патентуемый способ переработки позволяет осуществить вырезку деталей
5 из РЗМ любой формы, в том числе: пластин, элементов трапециевидной формы и других форм, например, для Хальбах-цилиндров и таким образом обеспечить существенное снижение затрат на изготовление конечного изделия. Интегрально это приведет к существенному снижению массогабаритных характеристик (за счет концентрации магнитного поля в рабочем зазоре), а также повышения КПД
10 (снижения потерь на токи Фуко) изделий на основе постоянных магнитов. При выборе толщины вырезаемых деталей (например, пластин) учитывалось, что неоднородности распределения магнитной индукции, возникающие в магнитной системе за счет склеивания деталей из разного сырья в многослойный пакет СПМ, будут сглаживаться магнитопроводом (например, ротора) и не должны приводить к
15 увеличению величины пульсации крутящего момента в электроприводах, дополнительным пульсациям напряжения и гармоникам в электрогенераторах и другим дополнительным эффектам, влияющим на нормальную работу электромашин.

20 Кроме того, как правило, при повторном использовании СПМ возникают вопросы относительно того не подвергался ли СПМ в процессе эксплуатации механическим (вибро), электромагнитным, температурным и другим воздействиям окружающей среды. Результатом таких воздействий может являться нарушение микроструктуры магнитотвердого материала, потери массы (относительно
25 начальной) или коррозии, которые могут привести к необратимому изменению магнитных свойств и невозможности повторной переработки заявленным способом. Если наличие потери массы и следов коррозии возможно определить общеизвестными способами, то для определения тонких изменений микроструктуры, как отмечалось выше, требуются тщательные, длительные и
30 трудоемкие исследования на большом объеме образцов с применением уникального оборудования.

Вместе с этим, поскольку микроструктура непосредственно связана с величиной коэрцитивной силы РЗМ и ее температурной зависимостью,

предлагается следующий упрощенный способ определения пригодности указанного магнитного сырья для последующей переработки:

- внешний осмотр сырья (условия хранения и/или эксплуатации, отсутствие видимых следов коррозии и/или нарушения покрытия);
- 5 - отбор неповрежденных магнитов с ненарушенными геометрическими размерами, внешним видом и сохраненным покрытием хотя бы одного защитного слоя;
- контрольные исследования микроструктуры, химического и фазового состава сырья на одном-трех образцах сырья в зависимости от размера партии.
- 10 Сравнение с образцами-свидетелями или данными выходного контроля производителя (при наличии). Типичная для спеченных магнитов Nd-Fe-B микроструктура: зерна $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ размером около 5 мкм окружены тонкими прослойками оксидной и металлической фаз, обогащенных Nd толщиной 0.5-3 нм в объеме менее 10%.
- 15 При обнаружении отклонений от требуемых параметров рекомендуется усиленная выборка образцов в двойном размере и повторные исследования;
 - случайная выборка для HAST тестов в объеме не более 0.1% от партии. При обнаружении отклонений от требуемых параметров рекомендуется усиленная выборка образцов в двойном размере и повторные исследования.
- 20 - случайная выборка для измерений коэрцитивной силы и ее зависимости от температуры в объеме не более 0.1% от партии. При обнаружении отклонений от требуемых параметров рекомендуется усиленная выборка образцов в двойном размере и повторные исследования.
- При условии прохождения данных тестов считать сырье годным для
- 25 переработки. Метод переработки определяется остальными магнитными характеристиками сырья и требованием к конечному изделию.

Краткое описание фигур чертежей

- фиг.1 – блок-схема способа;
- 30 фиг.2 – ориентационная резка образцов сырья на детали;
- фиг.3 – многослойный пакет при склеивании деталей сырья одной марки;
- фиг.4 - многослойный пакет при склеивании деталей сырья двух разных марок;

- фиг.5 - многослойный пакет при склеивании деталей сырья трех разных марок;
фиг.6 - характеристики магнита NdFeB марки N42H при 20С;
фиг. 7 - то же, что на фиг.6, для марки N50M;
фиг. 8 - характеристики СПМ из чередующихся пластин марок N42H и N50M при
5 20С.

Варианты осуществления изобретения

Процесс переработки некондиционного магнитного сырья начинают с численного моделирования магнитных параметров и размеров СПМ, которые будут
10 использованы, например, для изготовления конечного изделия.

Далее, проводится первичная сортировка образцов сырья на группы по геометрическим характеристикам и внешнему виду с учетом требуемых параметров СПМ. Проводится выборочное измерение магнитных, химических и микроструктурных параметров и проведение HAST теста по каждой из
15 отсортированных групп сырья с определением принципиальной возможности изготовления СПМ.

В Таблице 1 приведены требования к СПМ по результатам численного моделирования и результаты опробования параметров магнитов разных производителей. Магнитные параметры включают, но не исчерпываются
20 параметрами кривой размагничивания при температурах $T=+20$ и $+150^{\circ}\text{C}$: коэрцитивной силы по индукции H_{cb} и намагниченности H_{cj} , остаточной индукции B_r , максимального энергетического произведения $(BH)_{\text{макс}}$, областью рабочих температур, температурой Кюри T_c , а также температурными коэффициентами α обратимых изменений величин αB_r , αH_{cb} , αH_{cj} (ГОСТ Р 52956-2008
25 «МАТЕРИАЛЫ МАГНИТОТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ НА ОСНОВЕ СПЛАВА НЕОДИМ-ЖЕЛЕЗО-БОР»). Часть таких параметров приведена в Таблице 1.

Выборочное измерение магнитных, химических, микроструктурных параметров и HAST теста проводят в объеме не более 0,1% от количества образцов отсортированных групп сырья, а при обнаружении отклонений от требуемых
30 параметров проводят выборку образцов в объеме 0,2% и повторные исследования. Представлены средние измеренные результаты по выборкам.

Таблица 1

Требования к СПМ по результатам численного моделирования и результаты опробования параметров магнитов разных производителей

t, °C	Br, Тл	H _{cb} , кА/м	H _{cj} , кА/м	(BH) _{max} , кДж/м ³	α _{Br} , -%/°C	α _{H_{cj}} , -%/°C
<u>Требования к параметрам СПМ по результатам численного моделирования</u>						
+20	1,28-1,32	≥960	≥1355	319-341	0,115	0,60-0,50
<u>Сырьё производителя Y</u>						
+20	1,3116	1003,1	1410	332		
+150	1,1155	527,2	601	222	0,115	0,51
<u>Сырьё производителя K</u>						
+20	1,3300	1018	1356	336	-0,116	-0,5468
+150	1,1224	324	359	162		
<u>Сырьё производителя W</u>						
+20	1,2969	994,18	1430	318,12	-0,13	-0,56
+150	1,0772	357,03	397	1709,1		
<u>Сырьё производителя I</u>						
+20	1,2941	973	1331	313	-0,131	-0,549
+150	1,070	430	461	163		
<u>Сырьё производителя T</u>						
+20	1,2871	962	1324	312	-0,130	-0,517
+150	1,0652	414	433	162		
<u>Сырьё производителя Z</u>						
+20	1,2852	969	1362	319	-0,119	-0,525
+150	1,0910	422	432	178		

5 Далее производится изготовление опытной партии СПМ из каждой отсортированной группы по первой технологии.

Проводится очистка поверхности образцов, резка образцов на детали заданной конфигурации, склеивание деталей в многослойный пакет.

На фиг. 2 показана ориентационная резка образцов 1 сырья на детали 2,
10 направление оси 3 магнитной текстуры. Резку образцов на детали заданной

конфигурации осуществляют электроискровым или гидроабразивным методом или алмазным диском. На фиг.3 показана структура многослойного пакета, полученного при склеивании компаундом 4 деталей 20 сырья одной марки. Поз. 5 обозначены поверхности пакета, подвергаемые последующей обработке под размер.

5 На фиг. 4 показана структура многослойного пакета, полученного при склеивании деталей 20 и 21 двух разных марок.

На фиг. 5 показана структура многослойного пакета, полученного при склеивании деталей 20,21,22 сырья трех разных марок.

Затем осуществляется резка и шлифовка поверхности полученного многослойного пакета под заданный размер и нанесение защитного покрытия на
10 поверхность полученного СПМ. Подробное описание технологии приводится ниже.

1. В соответствии с результатами численного моделирования цифрового электромагнитного двойника конечного изделия, изготавливаемые СПМ должны иметь магнитные характеристики, представленные в верхней строке Таблицы 1
15 «Требования к параметрам СПМ по результатам численного моделирования», а также удовлетворять следующим геометрическим требованиям:

1.1. финишными геометрическими размерами после склеивания, повторной резки и окончательной шлифовки $2,60 \times 21,33 \times 30,00$ мм (допуск по всем размерам без учета толщины покрытия $\pm 0,1$ мм), т.к. ротор при осевой длине 150 мм будет
20 состоять из пяти одинаковых СПМ по 30 мм каждый;

1.2. толщиной и ориентацией пластин, входящих в состав финального СПМ после повторной резки $2,60 \pm 0,10 \times 21,33 \pm 0,10 \times 5,00 + 0,00 / - 0,05$ мм;

1.3. Толщиной и размерами пластин, склеиваемых перед первой резкой: $21,33 \pm 0,10 \times 5,00 + 0,00 / - 0,05 \times 86,50 \pm 0,10$ (вырезаемых из исходного сырья). При этом
25 толщина и размер пластин для склеивания выбирается с учетом максимальной утилизации геометрических размеров имеющегося сырья.

Образцы сырья подвергались сортировке на группы по геометрическим характеристикам и внешнему виду с учетом требуемых параметров СПМ. Отдельно выделены отходы магнитного сырья для последующего металлургического
30 передела.

В результате сортировки выделены две группы сырья:

группа 1 – около 100 000 штук бывших в употреблении постоянных магнитов;

группа 2 - около 24000 штук постоянных магнитов, забракованных на входном контроле из-за наличия сколов, превышающих допустимые размеры.

Все магниты имеют магнитные характеристики близкие к требуемым, произведены различными производителями из различного сырья в различные годы, с несколько различающимся химическим составом.

Источник сырья группы 1 – снятые с эксплуатации полюса роторов ветрогенераторов, которые изначально имели пятислойное защитное покрытие: Ni/Cu/Ni, Sn и эпоксидный компаунд. Производится визуальный контроль магнитов. Определяется и фиксируется внешний вид, наличие сколов, сохранность покрытия, следов коррозии в результате хранения и т.п. Установлено, что сырьё имеет различную степень сохранности и повреждений покрытия, возникших при экстракции постоянных магнитов из роторов ветрогенераторов. Указанное позволяет предположить, что сырьё подвергалось тепловому воздействию при экстракции из роторов, что могло привести к отслоениям и нарушению покрытия Ni/Cu/Ni, Sn, размагничиванию при нагреве выше температуры Кюри (более 312C), так и изменению микроструктуры сырья при нагреве в условиях эксплуатации. Часть сырья подвергалась механическому воздействию.

Осмотр сырья группы 2 установил, что все сырьё имеет цельное не нарушенное покрытие (включая сколы), не имеет следов коррозии, механического или теплового воздействия и по внешнему виду пригодно для дальнейшей переработки заявляемым способом.

2. Производится первичная разбраковка постоянных магнитов группы 1 на следующие подгруппы:

подгруппа 1.1 - сильно поврежденные постоянные магниты (бой);

подгруппа 1.2 - со значительными сколами, дефектами и следами коррозии, однако позволяющими выполнить резку образцов на детали заданной конфигурации, вне областей сколов и следов коррозий;

подгруппа 1.3 - неповрежденные магниты с ненарушенными геометрическими размерами, внешним видом и сохраненным покрытием хотя бы одного защитного слоя из Ni, Cu, Ni или Sn (без следов коррозии).

Подгруппа 1.1 направляется на переработку методом гидрометаллургии. Подгруппа 1.2 направляется на дополнительную разбраковку с учетом целесообразности переработки с помощью заявляемого способа. После

дополнительной разбраковки, 40% сырья подгруппы 1.2 переведено в подгруппу 1.1. Остальные 60% переведены в подгруппу 1.3. После чего из групп 1.3 и 2 производится случайная выборка магнитов для исследования магнитных и геометрических параметров, микроструктуры и других параметров. Случайная
5 выборка производится в объеме не более 0,1% от партии. Учитывается исходная информация по магнитам, использованным при производстве ветрогенератора, а также результаты предыдущих тестирований.

3. Проводится исследование свойств постоянных магнитов в лабораториях, имеющих профильную аккредитацию и соответствующее поверенное оборудование,
10 внесенное в государственный реестр. Список оборудования представлен в Таблице 2.

Таблица 2.

Перечень оборудования для проведения основных измерений и испытаний
магнитов

15

	Наименование оборудования	Параметры	Марка оборудования
1	Измерение магнитных параметров материала постоянных магнитов в интервале температур +20 и +150С	Br, Hcb, Hcj, (BH)max, αBr, αHcj	Гистерезисграф АМТ-4
2	Измерение толщины слоев защитных покрытий на магните	Слой NiCuNiSn+Ерох у	Анализатор Рентгенофлуоресцентный BA-100 Bowman Analytics Inc
3	Проведение испытаний HAST и PCT	Тем-ра +132 Давл. 2 атм, Влажность 95%	Камера ускоренного старения EHS-412M Еспес, Япония
4	Проведение испытания SST	pH=7.2 Влажность 93% Темп-ра 15-35	Камера соляного тумана CORROSIONBOX 400e, CO.FO.ME.GRA Италия
5	Намагничивание дисков D10xh10 для измерения магнитных параметров материала магнита	Амплитуда импульса магнитного поля не менее 4 Тл	Установка импульсного намагничивания. Модель EX-4060-30, Shanghai Xianda Denshijiki Industry Co.,Ltd, Китай
6	Вырезка образцов D10xh10 мм для измерения магнитных параметров материала и проведения HAST	Время вырезки одного диска не более 20 мин	Электроэрозионный проволочно-вырезной станок струйного типа. Модель: ДК7740-ME12
7	Измерение магнитного потока магнита	Вб	Веберметр КСЖ-602F с катушкой Гельмгольца FH-200

8	Измерение амплитуды индукции магнитного поля в индукторе УИН при намагничивании дисков D10xh10 мм	Предел измерения до 20 Тл	Миллитесламетр портативный универсальный ТПУ-02 ООО «Завод электронной техники»
9	Измерение веса магнитов	Вес 0.3-1.0 кг, Погрешность измерения не более 0.1 г	Весы настольные Модель CAS AD-2,5
10	Измерение размеров магнита	Размеры до 100 мм, погрешность не более 0,01 мм	Индикатор часового типа Модель ИЧ-10, с измерительными плитками
11	Измеритель магнитного дипольного момента	Вб м	Magnet-Physik /Flux meter EP5/coil:M210 (Germany)

Для получения дополнительной информации о микроструктуре, химическом и фазовом составах могут проводиться выборочные исследования с использованием следующего оборудования: сканирующего электронного микроскопа (Carl Zeiss CrossBeam 1540EsB), многофункционального сканирующего зондового микроскопа (ФемтоСкан), просвечивающего электронного микроскопа (JEOL JEM-2010), дифрактометров ДРОН-4-07, RIGAKU Ultima IV, Высокора разрешающий электронный микроскопа Titan 80-300 и других средств и методов. Микроструктура (размер кристаллитов, фазовый состав, а также структура, магнитные и электронные свойства обогащенных неодимом прослоек на границах зерен и т.д.) определяет формирование высококоэрцитивного состояния. Определение элементного состава поверхностных слоев может проводиться с помощью EPMA-SEM Camebax analyzer (CAMECA, Gennevilliers, France). Дополнительный контроль химического состава - на рентгенофлуоресцентном спектрометре PRIMUS II.

Все партии сырья проходят HAST-тест по стандарту IEC.60068-2-66:1994 на дисках 10x10мм, без покрытия, 240 часов при влажности 95%, температуре 132С и давлении 2,7 атм. Поверхность образцов для тестирования может иметь следы коррозии, остатки материала от электроискровой резки, поэтому перед проведением теста проводится подготовка следующим образом:

- 1) вся поверхность шлифуется до снятия продуктов электроискровой резки;
- 2) проводится очистка в ультразвуковой ванне в среде этанола;
- 3) протирается фильтровальной бумагой;
- 4) диски сушатся феном.

Два образца из выборок из подгрупп 1.3 не прошли HAST тест (потеря массы составила 55 и 38 мг/см²). Все образцы из группы 2 прошли тест. Повторная усиленная выборка подтвердила начальные результаты. Партии сырья, не прошедшие HAST тест, из подгруппы 1.3 признаны не пригодными для переработки по заявляемому способу и отправлены в группу 1.1.

На оставшихся партиях проводится анализ полученных результатов на предмет соответствия полученных свойств требуемым магнитным и другим параметрам, полученным по результатам численного моделирования. Устанавливается степень изменения микроструктуры, химического и фазового состава. Особое внимание уделяется измерениям коэрцитивной силы, которая непосредственно связана с состоянием микроструктуры образца. Определяется пригодность сырья для переработки по своему химическому и фазовому составу и требуемой микроструктуре. Полученные значения магнитных параметров представлены в Таблице 1.

Вследствие большого разброса магнитных характеристик производится усиленная выборка магнитов в двойном размере. Проводятся повторные замеры магнитных характеристик, которые подтверждают, что РЗМ производителей W, I и T имеют остаточную индукцию на нижнем пределе допустимых значений. Сырье производителей I и T имеет величину H_{cj} в диапазоне 1324-1331 кА/м при температуре 20С, что меньше значения, требуемого для нормальной работы электрогенератора 1355 кА/м. Постоянные магниты данных производителей имеют существенно заниженные значения величины (BH)_{max} в диапазоне от 312 до 318 кДж/м³ и завышенные значения α_{BH} - в диапазоне от -0.130 до -0.131 %/°С.

Одной из возможных причин разброса магнитных характеристик может являться нарушение микроструктуры сырья вследствие эксплуатации при высоких температурах или комплексном воздействии факторов внешней среды. Партии сырья данных производителей отправляются на дополнительные исследования микроструктуры. Исследования микроструктуры не выявили существенных отклонений, поэтому сделан вывод о том, что заниженные значения коэрцитивной силы являются следствием производственного брака на стадии производства сырья. Сделан вывод о пригодности данного сырья для дальнейшей переработки заявляемым способом.

В соответствии с ГОСТ Р 52956-2008 допускаются следующие значения температурных коэффициентов характеристик РЗМ марки NdFeB: по индукции B_r : $\Delta B_r \times 100 / (B_r \times \Delta T)$ от -0.12 до -0.8 %/К; коэрцитивной силе по намагниченности H_{c_j} : $\Delta H_{c_j} \times 100 / (H_{c_j} \times \Delta T)$ от -0.59 до -0.45 %/К. Данные параметры крайне сильно
5 влияют на рабочие характеристики электромагнитных устройств на основе РЗМ постоянных магнитов при высоких температурах. Для понимания характера влияния указанных выше параметров на работу конечного устройства рассматриваются не отдельные характеристики сырья, а их совокупность в целом и проводится дополнительное численное моделирование. То есть при численном
10 моделировании учитывается, что если тот или иной постоянный магнит имеет по чертежу при 20С величину $B_r=1,32$ Тл и температурный коэффициент по индукции - 0.11%/С, то при температуре обмоток, например 150С, величина составляет $B_r(150)=1,131$ Тл.

Но, если взять такую комбинацию параметров того же сырья, например, при
15 20С величину $B_r=1,28$ Тл и температурный коэффициент по индукции, выходящий за рамки ГОСТ Р 52956-2008 - 0.14%/С, то при температуре обмоток 150С величина $B_r(150)=1,049$ Тл. То есть разница по B_r у данных двух магнитов при температуре $T=150$ С составит порядка 10%.

При численном моделировании учитывается также обнаруженное
20 отклонение в величине температурного коэффициента для коэрцитивной силы, величина которого при рабочей температуре напрямую влияет на энергию, которую отдает магнит во внешнее пространство. Установлено, что одновременное действие указанных магнитных характеристик дает интегральный эффект и оказывает существенное уменьшение индукции в воздушном зазоре до 4-7% величины для
25 производителей W, I и T при рабочей температуре 200С.

Таким образом, по результатам моделирования подгруппа 1.3 и 2 была разделена на две новые подгруппы А и Б. Подгруппа А состоит из сырья 1.3 (сырье произв. Y-K-Z)+2 и подгруппа Б из сырья 1.3 (сырье произв.W-I-T). Соответственно, для каждой подгруппы были выбраны индивидуальные технологии
30 дальнейшей переработки.

Создание цифрового электромагнитного двойника конкретной электромашины позволяет определить точный характер влияния выявленных магнитных отклонений на рабочие характеристики конечного изделия и определить

наиболее эффективные меры для утилизации максимального количества сырья, в том числе в случае необходимости принять меры к корректировке коэрцитивной силы и температурных коэффициентов.

Патентуемый способ позволяет изготовить СПМ, который обеспечивает работоспособность в условиях многократного перегрева вплоть до температур около 300С. Для этой цели единичные детали, склеиваемые в многослойный пакет СПМ, выполняются из марок NdFeB и SmCo, при этом более высокотемпературный магнит Sm₂Co₁₇ может удерживать от размагничивания в более широком температурном интервале менее стойкий к температуре NdFeB. Так, магнит NdFeB марки N42АН производителя «Yantai Shougang magnetic materials, Inc», имеет при T=20С следующие параметры: Br=1,317Тл, H_{cb} =1032 кА/м, H_{cj}=2900 кА/м, (BH)_{max}=342 кДж/м³. При этом серийно выпускаемые магниты марки Sm₂Co₁₇ имеют при T=20С более низкие параметры: Br=1,106 Тл, H_{cb} =833 кА/м, H_{cj}=2101 кА/м, (BH)_{max}=233 кДж/м³.

Соответственно, после склеивания двух пластин толщиной 0,5мм, изготовленных из указанных марок магнитов, СПМ будет иметь более низкое значение Br около 1,21Тл. Однако при более высоких температурах характеристики выравниваются: магнит NdFeB марки N42АН при T=180С имеет следующие параметры: Br=1,039Тл, H_{cb} =790 кА/м, H_{cj}=1018 кА/м, (BH)_{max}=206 кДж/м³ и может эксплуатироваться только до температуры 230С.

При этом серийно выпускаемые магниты марки SmCo (Sm₂Co₁₇) могут эксплуатироваться вплоть до температур 350С и имеют при T=180С очень близкие параметры: Br=1.035Тл, H_{cb} =769 кА/м, H_{cj}=1518 кА/м, BH_{max}=201 кДж/м³. При этом следует учесть, что незначительный перегрев медного провода статора электромашины выше температуры службы изоляции (например, до 250С при классе изоляции 200С) не приводит к необратимому выходу электромашины из строя, а только логарифмически снижает срок службы изоляции). В то же время, даже однократный нагрев магнита N42АН выше температуры 230С может привести к необратимому частичному или полному размагничиванию СПМ. Поэтому для ответственных применений крайне важным является исключить возможное полное или частичное размагничивание СПМ в составе изделия при однократном нагреве выше 230С.

Лучшие варианты осуществления изобретения

Ниже приводится технология переработки на примере магнитного сырья марок NdFeB и SmCo, однако описанная технология также может быть применена к магнитному сырью, а также к другим магнитным неликвидам изделий как порошковой, так и классической металлургии, например, магнитам марки ЮНДК. В последнем случае, в зависимости от величины полей размагничивания в магнитной системе, можно выполнять, например вставки из ЮНДК в спеченный магнит из NdFeB.

Пример 1. Сырьё подгруппы А отобрано по результатам проведения исследований по методикам, описанным выше. Образцы прошли HAST-тесты и удовлетворяют требованиям к сырью с необходимыми магнитными свойствами. Принято решение осуществить переработку данной подгруппы по Первой технологии по следующей программе:

- отбор опытной партии массой 5 кг;
- проведение очистки остатков эпоксидного покрытия в органическом растворителе (вследствие большой химической активности РЗЭ производится непосредственно перед началом процедуры переработки);
- механическое удаление покрытия Ni/Cu/Ni/Sn путем шлифования;
- удаление следов шлифования и перемещение сырья в инертную среду во избежание коррозии;
- нанесение транспортного покрытия путем пассивации поверхности: промывка водой, затем обработка раствором азотной кислоты (30-40C), затем сушка в потоке воздуха 100-120C);
- резка на электроэрозионном проволочно-вырезном станке струйного типа (модель ДК7740-ME12) пластин под размер $21,33 \pm 0,10 \times 5,00 +0,00/-0,05 \times 86,50 \pm 0,10$ (соответствующий пункту 1.3);
- обработка и очистка поверхности полученных пластин перед склейкой в следующей последовательности: шлифовка поверхности до снятия продуктов электроэрозионной резки и контрольный замер размеров микрометром; очистка в ультразвуковой ванне в среде этанола; протирка поверхности полученных деталей фильтровальной бумагой и просушка феном с проведением операций в бязевых перчатках;

- склеивание полученных деталей в многослойный пакет посредством теплостойкого клея ВС-10Т (ГОСТ 22345-77) в следующей последовательности: клей разбавляют этиловым спиртом в соотношении 1:3 и распылением наносят на обе склеиваемые поверхности. Выдерживают 1 час при комнатной температуре, затем помещают в термошкаф, нагретый до $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре в течение часа. После этого распылителем наносится второй слой клея, который вновь сушат еще 1 час. После этого пластины соединяют и помещают в зажим с усилием склеивания порядка $2,5 \text{ кгс/см}^2$. Пресс со склеенными элементами помещают в термошкаф, нагретый до $t_{\text{ры}} (180 \pm 5)^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре в течение 2-х часов. Для повышения рабочих температур до 220°C использовался клей DELO® MONOPOX HT2999 или ВК-26М производства ФГУП «ВИАМ»;

- многослойный пакет подвергают резке перпендикулярно размеру 86,5 мм для достижения финального геометрического размера $2,60 \times 21,33 \times 30,00 \text{ мм}$, что исключает выкрашивание краев магнитов в местах склеивания. Далее проводят шлифовку и дошлифовку под размер с контрольным замером микрометром;

- поверхность полученного магнита, имеющего финальный размер, подвергают фосфатированию, а затем методом распыления наносят защитное покрытие из эпоксидной смолы толщиной от 10 до 35 мкм, обеспечивающего твердость Н6; качество и толщина нанесенного покрытия контролируется рентгенофлуоресцентным анализатором BA-100 (Bowman Analytics Inc);

- проводят измерение основных магнитных характеристик, включая измерения магнитного дипольного момента, а также SST, PCT и HAST – тестов. Магнитный дипольный момент готовых СПМ является интегральной характеристикой одновременно объемных (массы) и магнитных свойств СПМ. Сравнительное исследование дипольных моментов 10 штук СПМ с помощью Magnet-Physik /Flux meter EP5/coil:M210 (Germany) при комнатной температуре, а также повторные измерения после прогрева в течении 1 часа на металлическом листе 0,3 мм при температуре 200°C подтвердили отклонение дипольных моментов СПМ в пределах 1,3%. Покрытие выдержало тест SST в течение 480 часов и тест PCT в течении 96 часов, максимальная рабочая температура покрытия составила 200°C ;

- проводят сопоставление полученных магнитных характеристик с параметрами, полученными в результате численного моделирования и при положительном результате - соответствии СПМ требуемым характеристикам - испытания опытной партии постоянных магнитов в составе макета и опытного образца конечного изделия (электрогенератора) по согласованной методике и программе.

Испытания подтвердили возможность переработки сырья данной подгруппы А указанным выше «первым» способом. Принято решение осуществить переработку всего сырья подгруппы «А» по данному способу. Остатки сырья (обрезки, сколы и т.п.) отправлены на переработку гидрометаллургическими методами.

Пример 2. Сырьё подгруппы «Б» отобрано по результатам проведения исследований характеристик по методикам, описанным выше.

Как следует из таблицы 1 сырьё данных производителей W-I-T имело заниженные значения коэрцитивной силы H_{cj} (I-T) завышенные значения величин αB_r (W-I-T), что по-видимому, связано с тем, что производители при изготовлении магнитов, с целью снижения себестоимости, не добавляли диспрозий. Это приводит к резкому росту температурного коэффициента по индукции, резкому снижению величины B_r при рабочих температурах и возникновению бракованных партий продукции.

Технология, в отличие от описанной в примере 1, дополнена операцией локальной поверхностной диффузии диспрозия. После операции резки пластин под размер на электроэрозионном проволочно-вырезном станке, с последующей очисткой поверхности полученных пластин от продуктов электроэрозионной резки, пластины подвергали локальной поверхностной диффузии путем нанесения металлического порошка, содержащего диспрозий с последующим нагревом. Такая процедура описана в уровне техники (RU 2423204 C2). Точный весовой процент диспрозия при диффузии подбирался таким образом, чтобы температурный коэффициент B_r постоянных магнитов каждого производителя W, I и T обеспечивал требуемые рабочие характеристики конечного изделия. Как видно из таблицы 1 сырьё данных производителей имело завышенные значения величин αB_r от -0.13 до -0.131 %/°C. Проведенная операция диффузии диспрозия (1,5%)

позволила увеличить величину коэрцитивной силы по намагниченности H_{cj} до 2800 кА/м при $T=20^{\circ}\text{C}$ и уменьшить величину aBr до $-0.12\text{ }^{\circ}\text{C}$, что соответствует ГОСТ Р 52956-2008. После проведения диффузии и повторного измерения магнитных свойств последующие операции по изготовлению СПМ проводились по методике, описанной в примере 1.

Пример 3. Сырье – около 1000 некондиционных магнитов NdFeB марки N42H с покрытием. РЗМ забракованы на входном контроле как имеющие сколы, превышающие допустимые размеры, образовавшиеся при шлифовке. Все РЗМ имеют близкие к требуемым магнитные свойства, произведены одним производителем из одного сырья в одном году с идентичным химсоставом.

Внешним осмотром установлено, что сырье хранилось при нормальных условиях и следы коррозии отсутствуют. Производится случайная выборка РЗМ (ок. 0,1% от партии) для уточнения магнитных характеристик, микроструктуры и других параметров. Полученные данные для РЗМ марки N42H при температурах 20 и 120°C представлены в Таблице 3 (см две верхние строчки). Установлено, что сырье имеет магнитные характеристики на нижней границе, при этом низкие значения величины B_r не обеспечат требуемое напряжение на выходе проектируемого устройства.

Таблица 3.

Характеристики для РЗМ марки N42H при температурах 20 и 120°C

Марка	B_r	H_{cb}	H_{cj}	BH_{max}	aBr	aH_{cj}
N42H +20	1.2936	992	1526	319	-0.117	-0.622
+120	1.1417	501	569	231		
N50M +20	1.422	1084	1246	386	-0.111	-0.699
+120	1.2639	343	375	202		
Склейка +20	1.3408	1000	1345	338	-0.1037	-0.602
+120	1.2017	401	535	202		

20

Проведено численное моделирование высокоэффективного электрогенератора мощностью 1 МВт с КПД равным 98,5%, в котором РЗМ будут эксплуатироваться при температуре, не превышающей 60°C в пиковом режиме. Столь низкая рабочая температура РЗМ (малое тепловыделение за счет токов Фуко) может обеспечиваться за счет сегментирования РЗМ - склеивания электроизолированных пластин толщиной 0,5 мм в многослойный пакет и с размещением СПМ вдоль оси электрогенератора.

25

Проводится дополнительное численное моделирование, в котором 50% пластин, выполненных из материала марки N42H, заменено на пластины, выполненные из материала марки N50M, имеющего более высокую величину B_r . На данном этапе численного моделирования используются табличные параметры марки N50M по данным сайта (<http://www.amtc.ru/upload/ndfeb.pdf>). Показано, что в рассматриваемом случае требуемые рабочие характеристики электрогенератора могут быть достигнуты.

Для целей создания СПМ отобраны РЗМ марки N50M в вакуумной упаковке, имеющие защитное фосфатное покрытие толщиной 1 мкм. Они имеют рабочую температуру до 100C, т.е. обладают достаточным запасом по рабочей температуре, обеспечивающим работоспособность ротора электрогенератора в случае его перегрева.

При получении партии РЗМ марки N50M с завода-изготовителя производится их случайная выборка для исследования магнитных параметров, микроструктуры и других параметров. Случайная выборка производится в объеме не более 0,1% от партии. Результаты измерений магнитных характеристик при температурах 20 и 120C представлены в Таблице 3.

Производится повторное моделирование электрогенератора с параметрами, полученными в результате измерений. Показано, что склеивание чередующихся пластин толщиной 0,5 мм из марок N42H и N50M в СПМ финальных размеров обеспечивает требуемые электрические параметры генератора, в том числе по пульсациям напряжения менее 1%. Производится моделирование электромашины с параметрами: $B_r=1,3408\text{Тл}$, $H_{cJ}=1260\text{кА/м}$ при 20C, а также с полученными значениями температурных коэффициентов.

Для проверки расчетов из многослойного пакета, образующего СПМ, вырезаются цилиндры для исследования магнитных характеристик и теста HAST. Результаты измерений представлены в Таблице 3.

Реализованная технология, в отличие от примера 1, дополнена операциями подбора схемы размещения и ориентации единичных деталей с различающимися магнитными характеристиками из двух материалов N42H и N50M в формируемом многослойном пакете из условия получения требуемых интегральных магнитных характеристик. Последовательность технологических операций резки и

последующей подготовки поверхности полученных деталей перед склейкой в финальный СПМ, сохраняется.

Изготовлен опытный образец СПМ, подтверждающий данные моделирования. СПМ состоит из пластин толщиной 0,5 мм и имеет геометрические
5 размеры 25,0 x 15,0 x 50,0 мм. Топология многослойного пакета представлена на фиг. 4, а результаты исследований магнитных характеристик - на фиг. 6,7,8. На фиг.6 показана характеристика магнитов NdFeB марки N42H, на фиг.7 - магнитов NdFeB марки N50M, на фиг. 7 – характеристика СПМ, сформированного
10 характеристики СПМ из чередующихся деталей 20,21 марок N42H и N50M, полученная температуре при 20С. Для проверки расчетов из многослойного пакета, образующего СПМ, вырезаются цилиндры для исследования магнитных характеристик и теста HAST. Результаты измерений представлены в Таблице 3.

Пример 4. Сырье – около 1000 некондиционных магнитов NdFeB марки N42H с покрытием. РЗМ забракованы на входном контроле как имеющие сколы,
15 превышающие допустимые размеры, образовавшиеся при шлифовке. Все РЗМ имеют близкие к требуемым магнитные свойства, произведены одним производителем.

Задача – изготовить СПМ, допускающий многократный перегрев вплоть до температур около 300С. Проводятся моделирование электрогенератора с
20 параметрами, полученными в результате измерений. Показано, что склеивание чередующихся пластин толщиной 0,5 мм из марок NdFeB и SmCo в СПМ финальных размеров обеспечивает требуемые электрические параметры генератора. Для проверки расчетов из многослойного пакета, образующего СПМ, вырезаются цилиндры для исследования магнитных характеристик и теста HAST. Реализованная
25 технология, в отличие от примера 3, дополнена операциями подбора схемы размещения и ориентации единичных деталей с различающимися магнитными характеристиками из двух материалов марок NdFeB и SmCo в формируемом многослойном пакете из условия получения требуемых интегральных магнитных характеристик. Последовательность технологических операций резки и
30 последующей подготовки поверхности полученных деталей перед склейкой в финальный СПМ, сохраняется.

Изготовлен опытный образец СПМ, подтверждающий данные моделирования. СПМ состоит из пластин толщиной 0,5 мм и имеет геометрические

размеры 25,0 x 15,0 x 50,0 мм. Технологические операции подготовки сырья аналогичны операциям примера 3. Производится моделирование электрогенератора с параметрами, полученными в результате измерений. Показано, что склеивание чередующихся пластин толщиной 0,5 мм из марок NdFeB и SmCo в СПМ

5 финальных размеров обеспечивает требуемые электрические параметры генератора, включая многократный перегрев вплоть до температур около 300С. Для проверки расчетов из многослойного пакета, образующего СПМ, вырезаются цилиндры для исследования магнитных характеристик и теста HAST. Реализованная технология, в отличие от примера 3, дополнена операциями подбора схемы размещения и

10 ориентации единичных деталей с различающимися магнитными характеристиками из двух материалов NdFeB и SmCo в формируемом многослойном пакете из условия получения требуемых интегральных магнитных характеристик. Последовательность технологических операций резки и последующей подготовки поверхности полученных деталей перед склейкой в финальный СПМ, сохраняется. Измерения

15 показали, что СПМ финальных размеров, представляющий собой пакет из склеенных чередующихся пластин толщиной 0,5 мм из марок NdFeB и SmCo может эксплуатироваться до температур около 300С.

Промышленная применимость

20 Представленные данные подтверждают достижение технического результата — повышения эффективности, полноты переработки вторичного магнитотвердого спеченного сырья и расширение ассортимента полуфабрикатов, в том числе: бракованных по магнитным параметрам, размерам, сколам, внешнему виду и защитному покрытию элементов различных магнитных систем, а также ранее

25 использованных магнитов, для изготовления эффективных сегментированных постоянных магнитов и магнитных систем с заданными магнитными и геометрическими характеристиками.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ переработки некондиционного магнитотвердого спеченного сырья для изготовления сегментированных постоянных магнитов (СПМ) включает
5 следующие операции:

первичная сортировка образцов сырья на группы по геометрическим характеристикам и внешнему виду с учетом требуемых параметров СПМ и выделением сырья для последующего металлургического передела;

выборочное измерение магнитных, химических и микроструктурных
10 параметров и проведение HAST теста по каждой из отсортированных групп сырья с определением принципиальной возможности изготовления СПМ;

выбор первой технологии и изготовление опытной партии СПМ из каждой отсортированной группы, включающей очистку поверхности образцов, резку образцов на детали заданной конфигурации, склеивание деталей в многослойный
15 пакет, резку и шлифовку поверхности полученного многослойного пакета под заданный размер и нанесение защитного покрытия на поверхность полученного СПМ;

измерение интегральных магнитных характеристик полученного СПМ и сравнение с требуемыми характеристиками;

20 при несоответствии СПМ требуемым характеристикам проводят вторичную сортировку образцов сырья на подгруппы по магнитным, химическим, микроструктурным параметрам и результатам HAST теста для выбранной второй технологии, включающей очистку поверхности образцов, резку образцов на детали заданной конфигурации, подбор схемы размещения и ориентации единичных
25 деталей с различающимися магнитными характеристиками в формируемом многослойном пакете из условия получения требуемых интегральных магнитных характеристик, склеивание деталей в многослойный пакет, резку и шлифовку поверхности полученного многослойного пакета под размер и нанесение защитного покрытия на поверхность полученных СПМ.

30

2. Способ по п.1, в котором некондиционное магнитотвердое спеченное неодим-железо-бор и самарий-кобальт сырьё включает бракованные по магнитным параметрам, размерам, сколам, внешнему виду и защитному покрытию магнитные элементы, а также пригодные по магнитным характеристикам, но имеющие другой
5 типоразмер и уже использованные ранее постоянные магниты.

3. Способ по п.1, в котором сырьё для последующего металлургического передела, в том числе методами гидрометаллургии, включает отходы от резки и шлифовки деталей и склеенного многослойного пакета, а также бой постоянных
10 магнитов.

4. Способ по п.1, в котором магнитные параметры включают, но не исчерпываются параметрами кривой размагничивания при температурах $T=+20$ и $+150^{\circ}\text{C}$: коэрцитивной силы по индукции H_{cb} и намагниченности H_{cj} , остаточной
15 индукции B_r , максимального энергетического произведения $(BH)_{\text{макс}}$, областью рабочих температур, температурой Кюри T_c , а также температурными коэффициентами α обратимых изменений величин αB_r , αH_{cb} , αH_{cj} , а также направление оси магнитной текстуры, потокосцепление, магнитный дипольный момент, характер распределения индукции магнитного поля, создаваемой в
20 магнитной системе конечного изделия.

5. Способ по п.1, в котором единичные детали с различающимися характеристиками остаточной индукции выполняют из сырья различных марок, при этом количество марок сырья, входящих в один СПМ, составляет от 1 до 5.
25

6. Способ по п.1, в котором после резки образцов детали подвергают процедуре локальной поверхностной диффузии диспрозия или тербия.

7. Способ по п.1, в котором резку образцов на детали заданной
30 конфигурации, а также многослойного пакета СПМ под размер осуществляют электроискровым или гидроабразивным методом и/или алмазным диском с последующим механическим и/или химическим устранением продуктов указанной механической обработки.

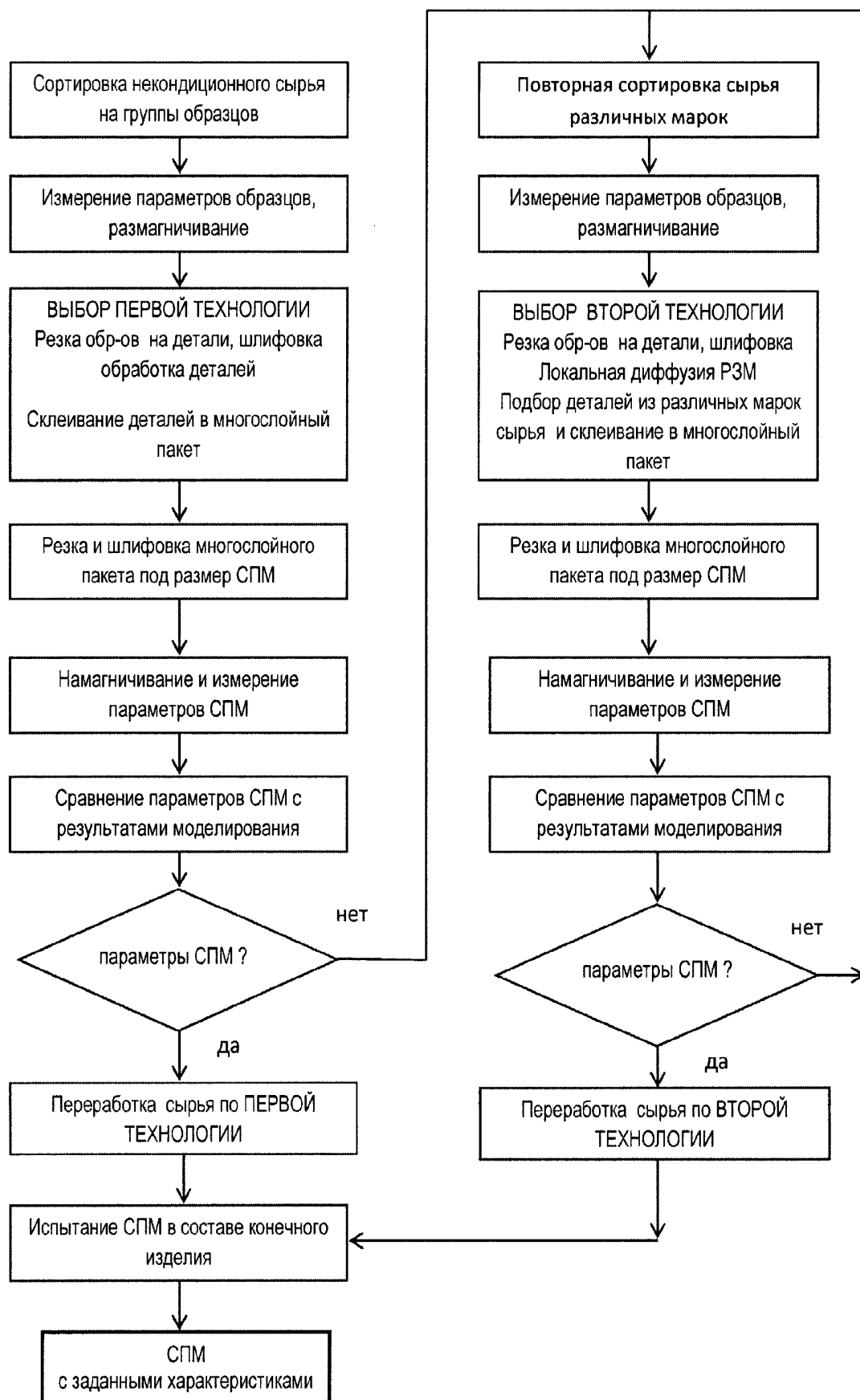
8. Способ по п.1, в котором резку осуществляют последовательно из условия минимизации сколов в зоне распила и создания в СПМ требуемой для намагничивания текстуры, при этом сначала проводят резку соединенных друг с другом образцов, затем резку полученных деталей заданного размера для их
5 склеивания в многослойный пакет, и на завершающей стадии - вырезку СПМ с требуемым направлением оси магнитной текстуры.

9. Способ по п.1, в котором заданная конфигурация деталей выбрана из перечня, включающего, но не исчерпывающего: пластина, параллелепипед,
10 трапецевидная пластина, цилиндр, часть полого цилиндра, в том числе для цилиндров Хальбаха.

10. Способ по п.1, в котором склеивание деталей в многослойный пакет осуществляют термостойким клеем, при этом клей наносят на обе склеиваемые
15 поверхности дважды с промежуточной сушкой с последующим соединением деталей в пакет и выдержкой пакета под нагрузкой до отверждения клея.

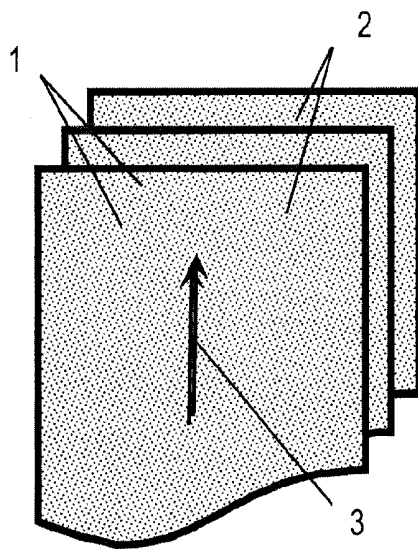
11. Способ по п.1, в котором защитное покрытие твердостью Н6 на поверхности многослойного пакета СПМ выполняют из эпоксидного компаунда
20 толщиной от 10 до 35 мкм.

1/3

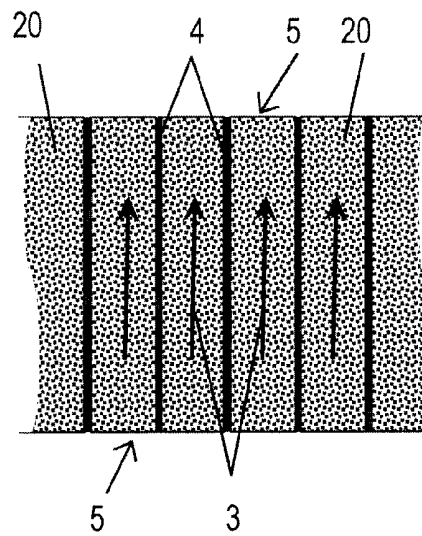


ФИГ.1

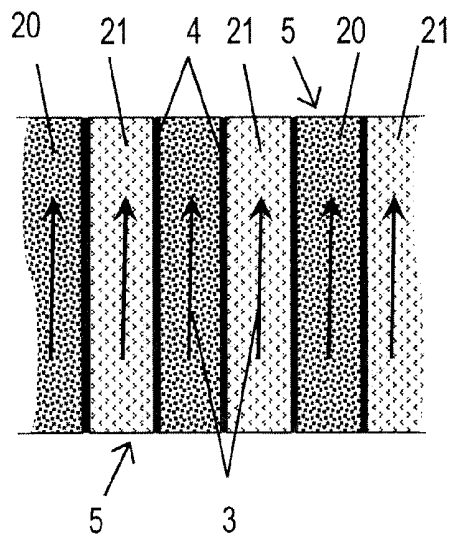
2/3



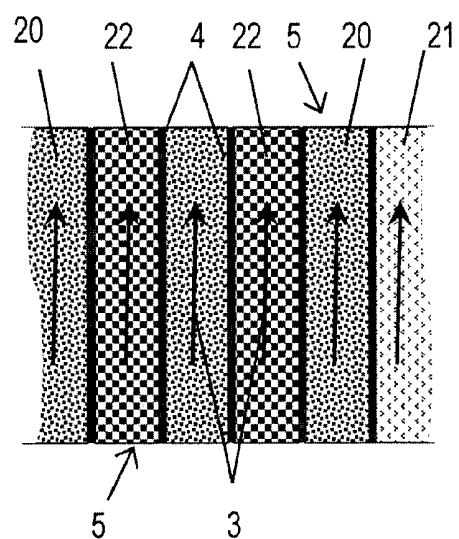
ФИГ.2



ФИГ.3

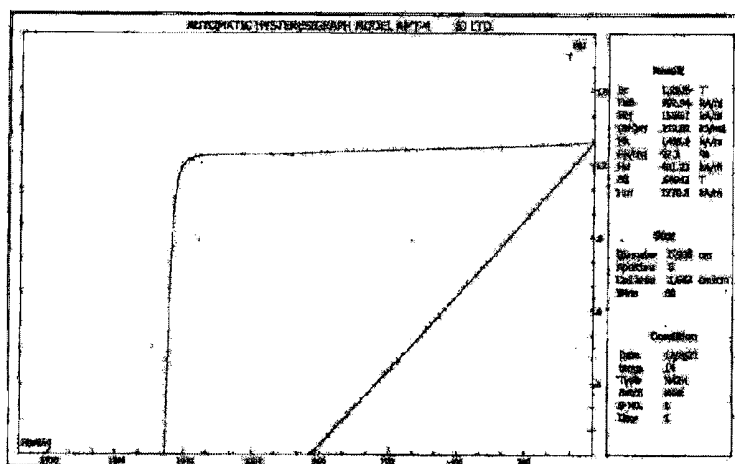


ФИГ.4

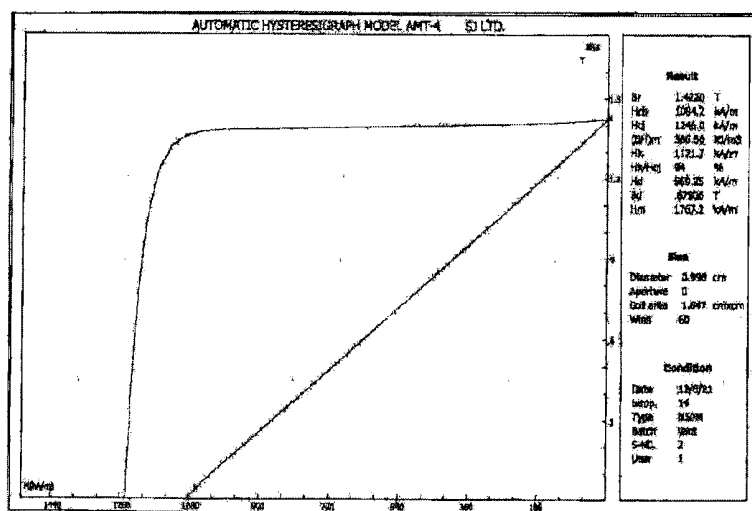


ФИГ.5

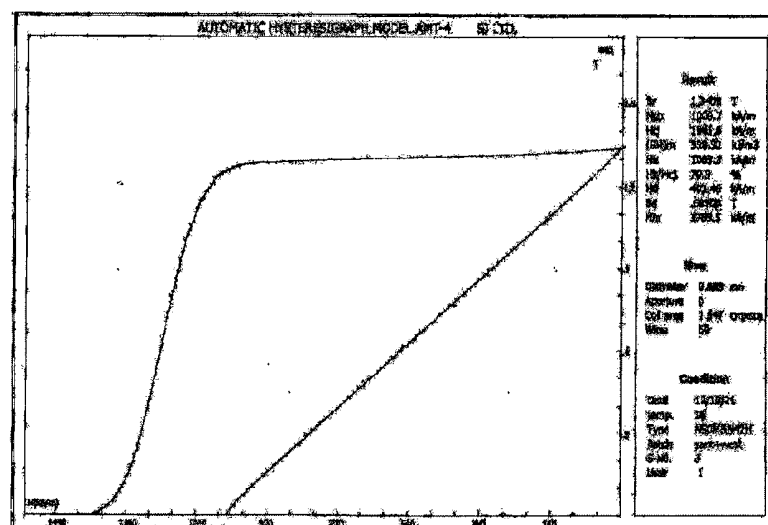
3/3



ФИГ.6



ФИГ.7



ФИГ.8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 2023/000011

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F 41/00 (2016.01) B09B 3/00 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B09B3/00, 5/00, H01F 41/00, 41/02, 7/00, 7/02, 1/00-1/057, B22F 1/00, 3/00, 3/12, 3/24, 7/00, 7/02, C21D 8/00, 8/12, B22D 11/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

PatSearch (RUPTO internal), USPTO, PAJ, Esp@cenet, DWPI, EAPATIS, PATENTSCOPE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A, D	JP 2002141239 A (HIROSE YOICHI) 17.05.2002, abstract	1-11
A	US 2005/0028890 A1 (KAZUAKI SAKAKI et al.) 10.02.2005	1-11
A	RASTYANNIKOVA ELIZAVETA VIKTOROVNA. Vtorichnoe ispol'zovanie resursov v metallurgicheskoy promyshlennosti v Rossii i Kitae. Innovatsii i investitsii, № 7, 2019, p. 81, 82	1-11
A	SU 1034836 A1 (VSESOYUZNY NAUCHNO-ISSLEDOVATEL'SKIY PROEKTNO-KONSTRUKTORSKIY INSTITUT TEKHNologii ELEKTRICHESKIKH MASHIN MALOY MOSHCHNOSTI) 15.08.1983	1-11
A, D	RU 2423204 C2 (INTERMETALLIKS KO., LTD.) 10.07.2011	1-11



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 April 2023 (10.04.2023)

Date of mailing of the international search report

01 June 2023 (01.06.2023)

Name and mailing address of the ISA/RU

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Номер международной заявки

PCT/RU 2023/000011

A. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ H01F 41/00 (2016.01) B09B 3/00 (2006.01) Согласно Международной патентной классификации МПК		
B. ОБЛАСТЬ ПОИСКА Проверенный минимум документации (система классификации с индексами классификации) B09B3/00, 5/00, H01F 41/00, 41/02, 7/00, 7/02, 1/00-1/057, B22F 1/00, 3/00, 3/12, 3/24, 7/00, 7/02, C21D 8/00, 8/12, B22D 11/00 Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины) PatSearch (RUPTO internal), USPTO, PAJ, Esp@cenet, DWPI, EAPATIS, PATENTSCOPE		
C. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:		
Категория*	Цитируемые документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A, D	JP 2002141239 A (HIROSE YOICHI) 17.05.2002, реферат	1-11
A	US 2005/0028890 A1 (KAZUAKI SAKAKI et al.) 10.02.2005	1-11
A	РАСТЯННИКОВА ЕЛИЗАВЕТА ВИКТОРОВНА. Вторичное использование ресурсов в металлургической промышленности в России и Китае. Инновации и инвестиции, № 7, 2019, с. 81, 82	1-11
A	SU 1034836 A1 (ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ПРОЕКТНО-КОНСТРУКТОРСКИЙ ИНСТИТУТ ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАШИН МАЛОЙ МОЩНОСТИ) 15.08.1983	1-11
A, D	RU 2423204 C2 (ИНТЕРМЕТАЛЛИКС КО., ЛТД.) 10.07.2011	1-11
☐ последующие документы указаны в продолжении графы C. ☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении		
* Особые категории ссылочных документов: “А” документ, определяющий общий уровень техники и не считающийся особо релевантным “D” документ, цитируемый заявителем в международной заявке “E” более ранняя заявка или патент, но опубликованная на дату международной подачи или после нее “L” документ, подвергающий сомнению притязание(я) на приоритет, или который приводится с целью установления даты публикации другого ссылочного документа, а также в других целях (как указано) “O” документ, относящийся к устному раскрытию, использованию, экспонированию и т.д. “P” документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета	“T” более поздний документ, опубликованный после даты международной подачи или приоритета, но приведенный для понимания принципа или теории, на которых основывается изобретение “X” документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска: заявленное изобретение не обладает новизной или изобретательским уровнем, в сравнении с документом, взятым в отдельности “Y” документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска: заявленное изобретение не обладает изобретательским уровнем, когда документ взят в сочетании с одним или несколькими документами той же категории, такая комбинация документов очевидна для специалиста “&” документ, являющийся патентом аналогом	
Дата действительного завершения международного поиска		Дата отправки настоящего отчета о международном поиске
10 апреля 2023 (10.04.2023)		01 июня 2023 (01.06.2023)
Наименование и адрес ISA/RU: Федеральный институт промышленной собственности, Бережковская наб., д. 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП-3, 125993, Российская Федерация тел. +7(499)240-60-15, факс +7(495)531-63-18		Уполномоченное лицо: Ирицкий Е.В. Телефон № (499) 240-25-91