

文章编号: 1003-7837(2006)04-0271-04

高性能钕铁硼永磁体制备工艺的研究*

赵伟雄¹, 黄莉丽²

(1. 广东省肇庆市技师学院, 广东 肇庆 526000; 2. 广州有色金属研究院, 广东 广州 510651)

摘要: 对采用速凝厚片技术制备钕铁硼合金,并在制备过程中添加抗氧化剂和润滑剂来制备高性能钕铁硼磁体的方法进行了研究. 研究表明,在厚度 0.3 mm 的合金中,添加 0.04% 抗氧化剂及 0.03% 润滑剂时,可获得剩磁 B_r 为 1.405 T、内禀矫顽力 H_{cj} 为 1181 kA/m、最大磁能积 $(BH)_{max}$ 为 370 kJ/m³ 的钕铁硼永磁体.

关键词: 速凝厚片技术; 抗氧化剂; 润滑剂; 钕铁硼永磁体

中图分类号: TF125.8 **文献标识码:** A

我国具有丰富的稀土资源、廉价的劳动力、成熟的技术及巨大的市场等优势,近十年来,烧结钕铁硼磁体产业取得了飞速的发展. 根据我国有关部门统计,2003 年我国烧结钕铁硼永磁体产量为 18460 t,较 2002 年增长 70% 左右^[1],预计 2010 年产量将达到 70000 t,占全球总产量的 75%^[2]. 我国烧结钕铁硼磁体产量虽然超过日本,但因产品的档次低(磁能积 ≤ 350 kJ/m³),附加值低,售价只有日本产品的 1/3~1/4^[3],利润只占世界总利润的 10% 左右.

日本生产钕铁硼磁体的原材料主要来自我国,这表明我国所生产的原材料的性能达到了生产高性能钕铁硼磁体的要求,但在高性能钕铁硼磁体的制备工艺技术方面,我国同日本相比存在很大的差距,因此,我们应在生产工艺方面开展研究. 本文研究了钕铁硼合金生产中采用速凝厚片技术、在制粉过程中添加抗氧化剂和成型过程中添加润滑剂对钕铁硼合金磁性能的影响.

1 试验方法

生产钕铁硼磁体采用以下工艺流程:原材料→

预处理→配料→熔炼→铸片→氢爆→气流磨→混料→压型→烧结→热处理→机加工→电镀→充磁→检验→包装→产品. 试验中按化学计量比 $(Nd, Dy, Tb)_{29}(Fe, Ga, Cu, Al, Co)_{203}B_{14.5}$ 进行配料,其中稀土金属纯度大于 99.5%,工业硼铁为 99.9% 的纯铁. 首先在速凝厚片炉中熔炼及铸片,通过调节速凝厚片炉的铜辊线速度,可得到不同厚度的合金片,然后氢爆破碎合金片,使破碎后的合金片粒度小于 1 mm,再经气流磨制成粉,在制粉过程中添加抗氧化剂,在压机压制成型过程中添加润滑剂,最后在 1080 ℃ 下烧结 3.5 h,在 600 ℃ 下退火 4 h,得到烧结磁体.

用日本产 JSM5910 型电子扫描电镜观察烧结磁体的表面形貌,用中国计量科学研究院研制的 NIM-10000 型磁性特性测量仪测试磁体的磁性能.

2 结果与讨论

2.1 速凝厚片工艺对烧结磁体微结构的影响

为提高烧结钕铁硼磁体的永磁性能,需提高磁体中主相 $Nd_2Fe_{14}B$ 的体积分数,降低合金中 Nd 的

收稿日期: 2006-03-15

* 基金项目: 广东省科技攻关项目(2003B2108)

作者简介: 赵伟雄(1950-),男,广东肇庆人,工程师.

万方数据

含量,使合金成分接近 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的理论成分^[4-5]. 如采用传统的铸锭工艺生产钕铁硼合金,由于合金熔液的冷却速度慢,易造成柱状晶生长偏大^[6],出现软磁性 $\alpha\text{-Fe}$ 枝状晶及富 Nd 相聚集,不能满足制备高性能钕铁硼磁体的要求. 而采用速凝厚片工艺可抑制软磁性 $\alpha\text{-Fe}$ 枝状晶的生成及富 Nd 相的聚集,使 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相以柱状晶的形式存在,富 Nd 相分布均匀,能够满足制备高性能钕铁硼磁体的要求. 因此,采用速凝厚片工艺来生产钕铁硼合金,

通过调节速凝厚片炉的铜辊线速度,可得到不同厚度的合金片. 合金片厚度对烧结磁体磁性能的影响,列于表 1. 由表 1 可知,随着合金片厚度适当减小,磁体的磁性能提高;当合金片厚度小于 0.3 mm 时,磁体磁性能降低. 与传统的铸锭工艺相比,采用速凝厚片工艺制得的磁体磁性能明显提高.

表 1 合金片厚度对烧结磁体磁性能的影响

Table 1 Effect of various alloys ribbons thickness on sinter magnetic properties

制备工艺	合金片厚度/mm	剩磁 B_r/T	内禀矫顽力 $H_{ci}/(\text{kA} \cdot \text{m}^{-1})$	最大磁能积 $BH/(\text{kJ} \cdot \text{m}^{-3})$
速凝厚片	0.2	1.344	969	346
	0.3	1.348	981	349
	0.4	1.345	975	342
	0.5	1.337	967	334
铸锭		1.315	943	311

唐杰等人^[7]认为,合金微结构是影响烧结磁体微结构和永磁性能的关键因素. 图 1(a)为采用传统铸锭工艺制备的钕铁硼合金锭微结构图,图 1(b)为采用速凝厚片工艺制备的钕铁硼合金片微结构图. 从图 1(a)可以看出, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒粗大,多呈片状晶,并含有部分等轴晶和 $\alpha\text{-Fe}$ 枝状晶. 从图 1(b)可以看出, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相被均匀分布的厚度为 0.2~0.5 μm 的富 Nd 相薄层分割成约 3 μm 的柱状晶,不存在软磁性 $\alpha\text{-Fe}$ 枝状晶. $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相周围均匀分布的富 Nd 相薄层,有助于形成取向排列的单晶粉末及在较低烧结温度下得到高性能磁体.

高矫顽力磁体的理想微结构是:晶粒尺寸为 3~5 μm ^[8],晶粒之间被富 Nd 相薄层间隔^[9],主相晶粒结构均匀、无杂质和缺陷. 图 2(a)为以合金厚片为原料制备的烧结钕铁硼磁体的 SEM 图,图 2(b)

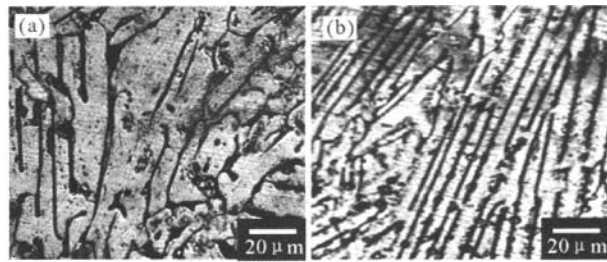


图 1 铸锭(a)与速凝厚片(b)钕铁硼的金相图

Fig. 1 Microstructure of strip casting NdFeB and ingot casting NdFeB

为以传统的铸锭为原料制备的烧结钕铁硼磁体的 SEM 图. 由图 2(a)可见, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒均匀细小,平均粒径约为 6~8 μm ,最大的晶粒不超过 12 μm ,富 Nd 相的分布也很均匀. 由图 2(b)可见, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒呈多边形,晶粒大小差别大,一般为 10 μm 左右,小部分晶粒达到 20 μm 左右. 粉末原料的不同导致了上述磁体组织的差异. 以速凝厚片为原料得到的粉末,主相晶粒完整,大部分为单晶,粉末表面光滑、活性低,烧结时磁体晶粒不易长大. 而以传统铸锭为原料得到的是不规则多晶粉末,粉末粒度分布较宽、表面粗糙、活性大,烧结时磁体晶粒容易长大.

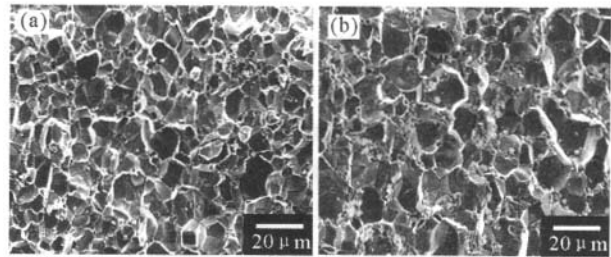


图 2 烧结磁体的 SEM 图

(a) 以速凝厚片为原料;(b)以铸锭为原料

Fig. 2 SEM of sintered NdFeB magnets

(a) Sinter magnet by material of strip casting;

(b) Sinter magnet by material of ingot casting

2.2 抗氧化剂对磁性能的影响

在磨粉过程中,钕铁硼磁体中富 Nd 相易被氧化形成 Nd_2O_3 ,它的含量越多,永磁体剩磁和矫顽力下降越大. 因此,在磨粉过程中添加抗氧化剂,使磁体中 Nd_2O_3 的含量降到最少. 抗氧化剂添加量对磁体氧含量及磁性能的影响,列于表 2. 由表 2 可知,

在相同的生产条件下,添加了抗氧化剂的磁体含氧量比没添加的低 40% 左右,最大磁能积高 4~12 kJ/m³. 由于抗氧化剂在粉末颗粒的表面形成一层保护膜,因此有效地防止了粉末进一步氧化.

表 2 抗氧化剂添加量对磁性能的影响

Table 2 Effect of additive protective dosage on magnetism

添加量 ω/ %	剩磁 B_r /T	内禀矫顽力 H_{cj} /(kA·m ⁻¹)	最大磁能积 BH /(kJ·m ⁻³)	氧含量 ω/ %
—	1.348	981	349	0.40
0.04	1.37	1123	359	0.25
0.08	1.364	1134	354	0.23

2.3 润滑剂对磁性能的影响

钕铁硼永磁粉末颗粒的流动性较差,在粉末中加入适当的润滑剂,可以减少粉末颗粒之间的摩擦,防止粉末颗粒团聚,改善粉末的流动性^[6]. 在压力和磁场强度相同的条件下,以添加抗氧化剂 0.04% 的磁粉为试样,进行润滑剂添加量对磁性能影响的试验,结果列于表 3. 由表 3 可知,当加入 0.03%~0.05% 的润滑剂时,由于磁性颗粒转动阻力减少,粉末取向度提高,使磁体的永磁性能提高;当润滑剂添加量过多时,磁体内的润滑剂(硬脂酸锌)残留量太多,造成磁体的永磁性能下降.

表 3 润滑剂添加量对永磁性能的影响

Table 3 Effect of additive lubricant dosage on magnetism

添加量 ω/ %	剩磁 B_r /T	内禀矫顽力 H_{cj} /(kA·m ⁻¹)	最大磁能积 BH /(kJ·m ⁻³)	密度 /(g·cm ⁻³)
—	1.37	1123	359	7.59
0.03	1.405	1181	370	7.62
0.05	1.385	1190	362	7.60

根据以上试验结果,决定采用冷凝厚片工艺制取厚度为 0.3 mm 的合金片,并将其在室温和 1.8 MPa 压力下氢爆,然后添加 0.04% 抗氧化剂进行气流磨,再添加 0.03% 润滑剂进行压制成型,最后进行烧结及热处理等工序,生产出磁体. 采用中国计量科学研究院研制的 NIM-10000 型磁特性测量仪测试磁体磁性能,其磁性能曲线见图 3. 由图 3 可知,磁能积 $(BH)_{\max}$ 为 370 kJ/m³,剩磁 B_r 为 1.405 T,

内禀矫顽力 H_{cj} 为 1181 kA/m.

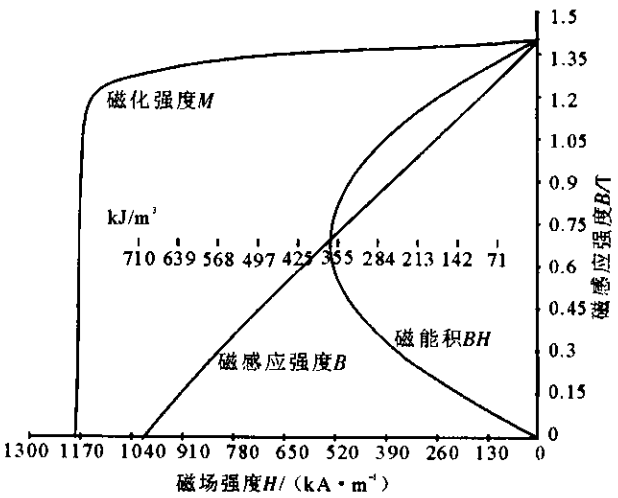


图 3 磁性能检测曲线
Fig.3 Demagnetization curves of magnet

3 结论

- (1)采用速凝工艺制备钕铁硼合金片,并在制粉过程中添加抗氧化剂、在成型过程中添加润滑剂的方法可生产出磁性能高的钕铁硼磁体.
- (2)当合金片厚度为 0.3 mm,添加 0.04% 抗氧化剂及 0.03% 润滑剂时,可获得剩磁 B_r 为 1.405 T、内禀矫顽力 H_{cj} 为 1181 kA/m、最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 为 370 kJ/m³ 的钕铁硼磁体.

参考文献:

- [1] 杨慧芳. 中国钕铁硼永磁的发展现状及存在的问题[J]. 科技情报开发与经济, 2005, 15(14):126-127.
- [2] 张深根,李红卫,徐静,等. 快冷厚带—氢破碎—磁场成型工艺制备高性能烧结钕铁硼磁体[J]. 稀有金属, 2003, 27(5):535-539.
- [3] 尤勇. 钕铁硼永磁的发展现状与应用[J]. 煤, 2003,12 (3): 32-36.
- [4] 高汝伟,王标,刘汉强,等. 高性能烧结钕铁硼磁体的研究与开发(二)[J]. 磁性材料与器件,2005, 36(1): 1-5.
- [5] 解振林,田薇,陈连生. 钕铁硼永磁合金烧结过程中的晶粒聚集长大及对磁性能的影响[J]. 金属材料研究, 2004, 30(1): 45-48.
- [6] 王标,刘汉强,丁开鸿,等. 采用 SC 工艺制备高性能烧结钕铁硼磁体的研究[J]. 功能材料, 2003, 34(5): 520-521.

- [7] 唐杰,刘颖,高升吉,等. 烧结钕铁硼粉末粒度对磁性能的影响[J]. 金属功能材料, 2004,11(6): 5-8. 581.
- [8] 王标,高汝伟,陈蓓新,等. 添加润滑剂对烧结钕铁硼磁体性能的影响[J]. 材料研究学报, 2004,18(6): 577-581.
- [9] 孙燕、白岗,刘涛,等. 粉末流动性和添加润滑剂对烧结钕铁硼磁体取向度和磁性能的影响[J]. 金属材料研究, 2005, 31(3): 1-5.

Research on preparation of high performance Nd-Fe-B sintered magnets

ZHAO Wei-xiong¹, HUANG Li-li²

(1. Zhaoqing Technician College, Zhaoqing 526020, China; 2. Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: Rapidly quenching thick-strip technology was used in preparation of Nd-Fe-B alloy in this paper, in which antioxidant and lubricant were added in the process. The research results showed that Nd-Fe-B alloy with high performance could be obtained when alloy flat was 0.3mm in thickness, addition of antioxidant and lubricant was 0.03% and 0.02% respectively. The magnetic properties of sintered magnets could be attained: $B_r = 1.405\text{T}$, $H_{cj} = 1181\text{ kA/m}$, $(BH)_{\max} = 370\text{ kJ/m}^3$.

Key words: rapidly quenching thick-strip technology; antioxidant; lubricant; Nd-Fe-B permanent magnet