

文章编号: 1673-9981(2007)03-0199-04

工艺技术对钕铁硼磁体性能影响的研究

伍尚南¹, 肖方明², 黄莉丽²

(1. 肇庆三环京粤磁材有限公司, 广东 肇庆 526020;

2. 广州有色金属研究院稀有金属研究所, 广东 广州 510650)

摘 要: 对采用添加元素、氢破和烧结工艺制备烧结钕铁硼永磁体进行了研究, 结果表明, 添加 Dy 和 Cu 可以提高磁体的矫顽力, 氢破工艺可以提高磁体剩磁以及改善剩磁曲线的方形度, 合适的烧结温度可以提高磁体的密度和剩磁, 将这三项优化组合可以提高磁体的最大磁能积。

关键词: 钕铁硼磁体; 烧结工艺; 氢破; 添加元素

中图分类号: TM273

文献标识码: A

通常用剩磁 B_r 、内禀矫顽力 H_j 和最大磁能积 $(BH)_{max}$ 来衡量烧结钕铁硼的磁性能。在制备烧结永磁材料中, 破碎和烧结等工艺对磁体的磁性能有很大影响。本文主要研究和探讨氢破工艺、烧结工艺及添加稀土元素对磁体磁性能的影响。

1 实验方法

将纯度高的原料 Nd、Dy、B-Fe、纯 Fe 及其它合金元素按一定比例配料, 然后用中频真空感应炉熔炼, 再采用甩片工艺可制得厚度约 0.4 mm 的钕铁硼合金片。用自制的氢化-脱氢炉对合金片进行氢化-脱氢处理。在温度 200~300 °C、抽真空至 0.05 Pa 时, 充入氢气, 控制氢气压 0.1~0.6 MPa。当气流量不再变化时(说明反应完成), 再抽真空至 0.01 Pa, 并在 400~600 °C 保温 30~240 min 进行脱氢处理。经过氢破-脱氢处理后, 在合金粉中添加一定比例的抗氧化剂, 在氮气保护下用气流磨制成粒度为 3~5 μm 的粉末。用全自动(横向)磁场压机和等静压机将添加润滑剂的粉末压制成型, 然后在 1060~1100 °C 下烧结, 最后进行时效处理。用 NIM-10000H 磁特性测量仪测试磁体的硬磁性能指标。

2 结果与分析

2.1 添加元素对磁性能的影响

Dy 取代 Nd 形成的 $\text{Dy}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 四方相, 具有很高的各向异性。在 300 K 时, $\text{Dy}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的各向异性场($H_A=11940 \text{ kA/m}$)^[1] 比 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的各向异性场($H_A=5810 \text{ kA/m}$)大很多。烧结永磁材料($\text{Nd}_{0.5}\text{Dy}_{0.5}$)₁₅ Fe_{77}B_8 的内禀矫顽力达 3980 kA/m^[2], 是目前矫顽力最高的钕铁硼永磁材料^[3]。图 1 为 Dy 原子分数对内禀矫顽力和剩磁的影响。从图 1 可以看

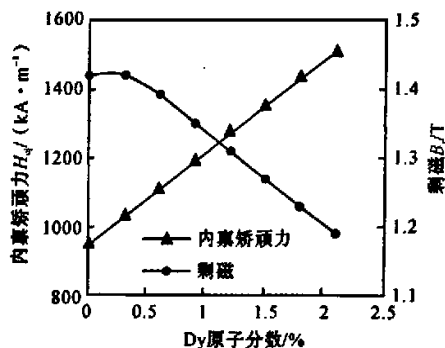


图 1 Dy 含量对内禀矫顽力和剩磁的影响

Fig. 1 The effect of addition of Dy on coercive force and remanence

收稿日期: 2007-03-05

作者简介: 伍尚南(1966-), 男, 广东肇庆人, 工程师, 学士。

出,随着 Dy 原子分数的增加,内禀矫顽力提高. 其原因是:一方面,Dy 取代部分 Nd 提高了磁体的各向异性场,从而提高了合金的矫顽力;另一方面,Nd-Fe-B 合金在熔炼过程中,容易析出 α -Fe 枝状晶,而 Dy 取代 Nd 后,可抑制 α -Fe 枝状晶的析出,有利于提高磁体的矫顽力. 从图 1 还可知道,当 Dy 原子分数大于 0.3% 时,随着 Dy 原子分数的增加,剩磁线性下降. 这是由于 $Dy_2Fe_{14}B$ 四方相的磁感应强度比 $Nd_2Fe_{14}B$ 低造成的.

研究中发现,在钕铁硼永磁合金中加入少量的铜,Cu 几乎不进入基体相内,主要存在于晶界富 Nd 相中. 因此,加入少量的 Cu,不但可以提高永磁体的

内禀矫顽力,而且剩磁不会降低. 另外,在合金中加入少量的钨可形成 Fe_2Nb 相,有利于细化晶粒和抑制 α -Fe 相的析出,对提高永磁体的内禀矫顽力和降低不可逆损失有一定的帮助.

2.2 氢破碎工艺对磁体性能的影响

氢破碎制粉工艺是将钕铁硼合金置于氢气环境下,利用钕铁硼磁体主相 $Nd_2Fe_{14}B$ 相和富 Nd 相吸收 H_2 速度的不同,使氢气沿富钕相薄层进入合金而产生一定的气压,使之膨胀爆裂而破碎,从而在 $Nd_2Fe_{14}B$ 相和富 Nd 相的交界处产生应力并形成微裂纹^[4].

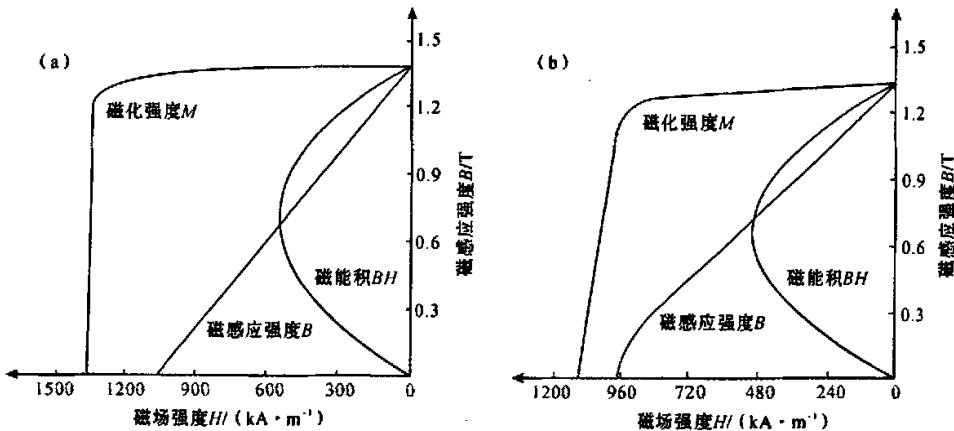


图2 磁性能检测曲线

(a)氢破工艺;(b)机械破碎工艺

Fig.2 Demagnetization curves of magnet

(a)hydrogen demolish;(b)mechanical crush

图2是添加 Dy 和 Cu 的钕铁硼合金经不同破碎工艺处理后的磁性能测试结果. 从图2可看出,采用氢破工艺制备的磁体,其磁性能曲线的方形度较采用机械破碎工艺制备的磁体的磁性能方形度好. 这是由于:一方面,Nd-Fe-B 合金经过氢破工艺处理后,在 $Nd_2Fe_{14}B$ 相和富 Nd 相的交界处出现微裂纹,在气流磨的过程中很容易沿富 Nd 相裂开,获得 $2\sim 3\mu m$ 的单晶粉末,而主相 $Nd_2Fe_{14}B$ 晶粒未被分解仍然保持完整. 钕铁硼永磁体是各向异性材料,单晶颗粒的粉末在磁场作用下成型可以大大提高取向度,从而获得较高的剩磁^[5];另一方面,粉末颗粒内部不再含有大量的富钕相,在液相烧结过程中,晶粒内部很少出现富钕相,富钕相沿晶界流动,此部分富

钕相有助于提高磁体的内禀矫顽力. 而采用机械破碎所得到的粉末,大部分为多晶的粉末颗粒,导致磁体的取向度较低. 用这种方法制得的粉末颗粒内分布大量的片状富钕相,在液相烧结过程中这些富钕相团聚为球状在晶内析出,它们起不到提高磁体矫顽力的作用,而且降低了主相的百分比,从而也降低了磁体的剩磁^[6]. 最大磁能积 $(BH)_{max}$ 与方形度 α 和剩磁 B_r 的平方成正比^[7],即 $(BH)_{max} = 1/4\alpha B_r^2$,因此,采用氢破工艺有助于提高磁体的最大磁能积.

2.3 烧结制度对磁体性能的影响

钕铁硼永磁体烧结的关键是:在保证毛坯不发生氧化的前提下,提高产品的密度和控制晶粒的长大. 图3和图4分别为烧结温度对钕铁硼永磁体的

密度、剩磁和内禀矫顽力的影响。

从图3可看出,随烧结温度升高,永磁体的密度增大,但温度超过1060℃以后,密度提高的趋势逐步降低。从图4可知,提高烧结温度,有助于提高剩磁。因为升高温度可以使晶粒聚集长大,从而使取向度有所改善,剩磁得到提高。但从图4也可看出,当温度超过1050℃时,剩磁提高的趋势减弱,而温度达到1080℃以上时,剩磁基本保持不变。图4显示,随着烧结温度的升高,矫顽力下降;当温度超过1080℃后,这种趋势减缓。这是因为在高温烧

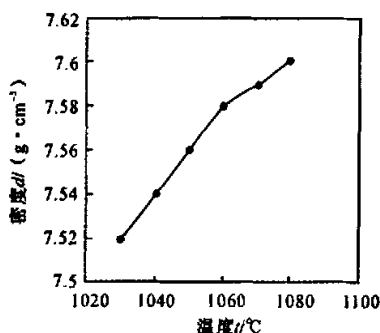


图3 烧结温度对密度的影响

Fig. 3 The effect of density by sintering temperature

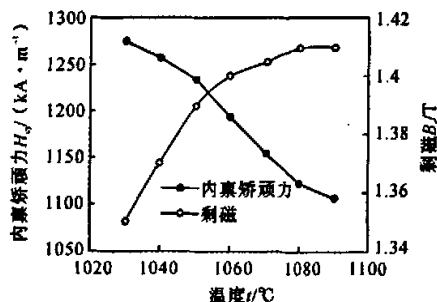


图4 烧结温度对剩磁和内禀矫顽力的影响

Fig. 4 The effect of sintering temperature on remanence and coercive force

结时,钕铁硼永磁合金在无晶界相的地方易发生晶粒的聚集长大,晶粒的聚集长大靠晶界的运动,晶界的运动依靠原子的扩散,所以高的烧结温度会促进晶粒的聚集长大。晶粒的聚集长大最终导致晶粒异常粗大,且大小不均匀,从而导致矫顽力降低。

磁体的最大磁能积是由剩磁、矫顽力和退磁曲线的方形度决定的。晶粒的聚集长大虽然使剩磁稍有提高,但引起矫顽力显著降低,因而导致磁能积降低。所以烧结钕铁硼磁体的晶粒聚集长大现象应力求避免,特别是生产高矫顽力的磁体尤其如此。

3 结论

添加适量的 Dy 和 Cu 等元素可以提高钕铁硼磁体的矫顽力,采用氢破工艺可以有效提高磁体的剩磁和剩磁曲线的方形度,合适的烧结温度可以提高磁体的密度和剩磁,有助于改善磁体的磁性能。

参考文献:

- [1] BUSCHOW K H J. New developments in hard magnetic materials[J]. Rep Prog Phys, 1991, 54, 1123.
- [2] SAGAWA M, HIROSAWA S, TOKUHARA K. Dependence of coercivity on the anisotropy field in the Nd₂Fe₁₄B-type sintered magnets[J]. J Appl Phys, 1987, 61(8), 3559.
- [3] 周寿增, 董清飞. 超强永磁体——稀土铁系永磁材料[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1999: 270.
- [4] 牛晋军, 张红玲. 制备小规格高性能烧结 NdFeB 磁体氢破工艺的研究[J]. 电子材料与电子技术, 2004(4): 1-4.
- [5] 马诺, 析焱, 李波, 等. 提高速凝带母合金制备的烧结钕铁硼磁体磁性能的研究[J]. 中国稀土学报, 2003, 21(4): 474-475.
- [6] 郭炳麟, 李波, 喻晓军, 等. 不同工艺制备烧结 NdFeB 磁体的显微组织和磁性能研究[J]. 稀土, 2005, 26(3): 52-54.
- [7] 徐玉磊, 刘树峰. 使用有机添加剂改进烧结钕铁硼磁体生产工艺[J]. 内蒙古石油化工, 2006(5): 11-12.

Effect of technique on magnetic performance of NdFeB magnet

WU Shang-nan¹, XIAO Fang-ming², HUANG Li-li²

(1. Zhaoqing Sanhuan Jingyue Magnetic Products Ltd. Co., Zhaoqing 526020, China; 2. Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China)

Abstract: In this paper, the NdFeB permanent magnet prepared by added elements, hydrogen demagnetization

and sintering process is investigated. The results show that by addition of Dy and Cu element can improve the coercivity, HD technology can increased remanence and improve the square degree of remanence curve, appropriate sintering processing can enhanced the density and remanence of magnet. Combination with these technologies can obtain the best magnetic properties.

Key words: NdFeB magnet; sintering process; hydrogen demolish; added element