

文章编号:1673-9981(2010)03-0211-05

改性环氧树脂对粘结 NdFeB 磁体性能的研究

朱海燕, 张敏刚

(太原科技大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024)

摘要:用改性环氧树脂作粘结剂,在不同工艺条件下制备粘结 NdFeB 磁体,并对其性能进行了研究。结果表明,改性环氧树脂粘结 NdFeB 磁体性能高于传统环氧树脂粘结 NdFeB 磁体,在模压温度 130 ℃、保压时间 2 min、固化时间 120 min、固化温度 120 ℃条件下制备的磁体,其磁性能最佳。

关键词:改性环氧树脂; 粘结永磁体; 粘结剂; 温压; 磁性能

中图分类号: TM273

文献标识码: A

粘结磁体自八十年代中期问世以来,人们已研究了多种粘结剂材料,如非磁性高分子化合物环氧树脂(热塑性)、酚醛树脂(热固性)、尼龙、聚苯硫醚、聚乙烯、橡胶和低熔点金属 Bi, Sn, Pb, Zn, Al 等^[1-3]。刘颖等人^[4]研究了二茂金属高分子铁磁粉对粘结永磁复合材料性能的影响。陈德波等人^[5]研究了环氧树脂用量对磁体性能的影响,结果表明粘结剂含量为 2.5% 时磁体具有较佳的性能。李军等人^[6]研究了硅烷处理对磁体性能的影响,表明磁粉经适当硅烷处理后有利于磁性能提高。张虹等人^[7]研究了 5 种不同的环氧树脂对磁体性能的影响,认为常温下为固态、环氧值较高且与磁粉表面相容性好的树脂是制备粘结 NdFeB 磁体的理想粘结剂。

单一的酚醛树脂经化学反应固化后的产物耐热性好,但性质较脆,因此纯酚醛树脂的胶结强度不高。在大多数情况下,用热塑性树脂或合成树脂等将其进行改性。未改性的酚醛树脂胶只能胶结木材、硬质泡沫塑料及其他多孔材料。以其他高聚物改性的酚醛树脂为基料的胶粘剂,在结构胶中占有重要地位。本文用 KY-2055 改性环氧酚醛树脂作粘结剂,制备出了磁性能良好的粘结 NdFeB 磁体。

1 实验方法

1.1 实验原料、仪器和设备

主要原料为美国 GM 公司生产的快淬 MQP-16 磁粉、硅烷偶联剂 KH-550、环氧树脂 E-44 和 KY-2055 等。使用 769YP-24B 型粉末压片机制备磁体,采用 NIM-200C 磁性测量仪测量磁体性能。

1.2 样品制备

将快淬 NdFeB 磁粉经偶联剂 KH-550 处理后,与环氧酚醛树脂混合,然后放入干燥箱中在 60 ℃干燥 2 h,压制成 $\Phi 10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 的圆柱体。最后在不同温度和时间下进行固化处理,测量其磁性能。

2 实验结果及分析

2.1 改性环氧树脂粘结剂制备的磁体性能

将改性环氧树脂和传统环氧树脂均按质量分数 2% 的比例分别与磁粉混合均匀,然后在 600~1600 MPa 下保压 120 s 压制成圆柱体,在 150 ℃固化 3 h,待冷却后,测其磁性能,结果如图 1 所示。

收稿日期:2010-03-11

作者简介:朱海燕(1982-),女,山东淄博人,硕士研究生。

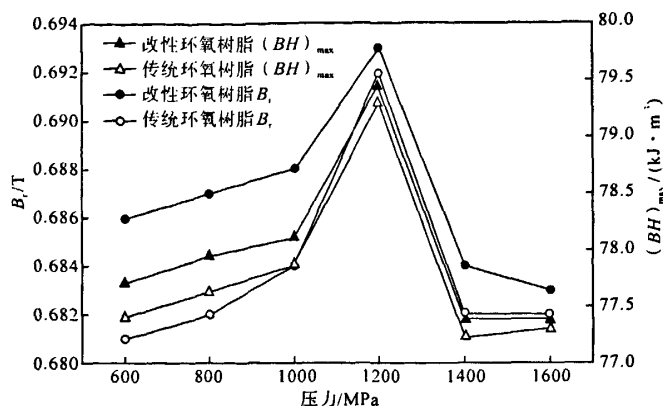


图1 改性环氧树脂和传统的环氧树脂制备的磁体性能比较

Fig. 1 Properties of different binder magnets

从图1可知,用改性环氧树脂作粘结剂制备的磁体的性能比用传统的环氧树脂作粘结剂制备的磁体性能好,尤其在压力较低时更明显.这是因为改性环氧树脂比传统的环氧树脂的粘结强度大,在压力较小时就能将磁粉紧紧粘结在一起;随着压力的提高,磁粉与粘结剂间的间隙逐渐缩小,用两种粘结剂制备的磁体性能接近.

2.2 改性环氧树脂作粘结剂时制备工艺参数对磁体性能的影响

采用改性环氧树脂作粘结剂,在150℃进行固化时间对磁体性能影响的实验,实验结果如图2所示.由图2可知,从90 min到120 min磁能积升高,

之后开始下降.这是因为磁体与粘结剂之间发生了固化交联反应,链式的粘结剂在反应后形成了网状结构,使磁粉和粘结剂之间的结合更紧密,磁体致密度更高.同时,在一定固化温度下粘结剂和磁粉之间相互渗透、扩散,使磁体密度更均匀、缺陷减少;当然渗透和扩散需要一定的时间才能达到较好的效果.当粘结剂完全固化时,粘结剂失去流动性,形成不溶不熔的网状结构.固化时间太短则反应不完全,一定时间后,固化反应基本彻底完成,即使再延长固化时间,其交联度也不会再有提高.与此同时,磁体长时间处在高温下,未被粘结剂完全包覆的磁粉就会氧化,使磁体性能下降.

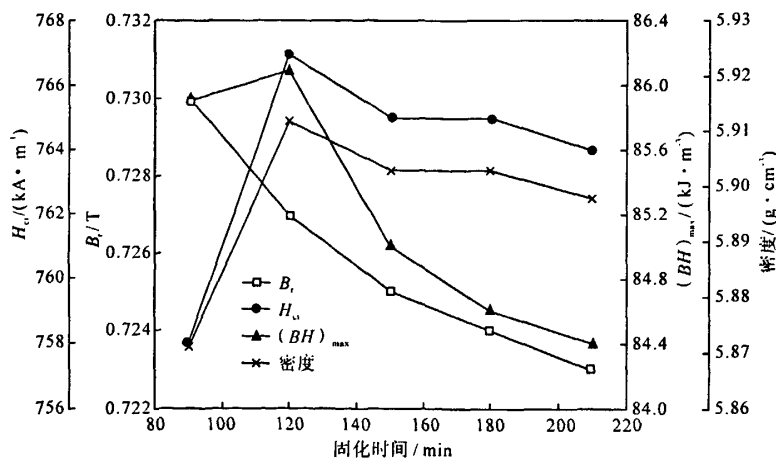


图2 固化时间对粘结磁体性能的影响

Fig. 2 Relationship between thermosetting time and magnet properties

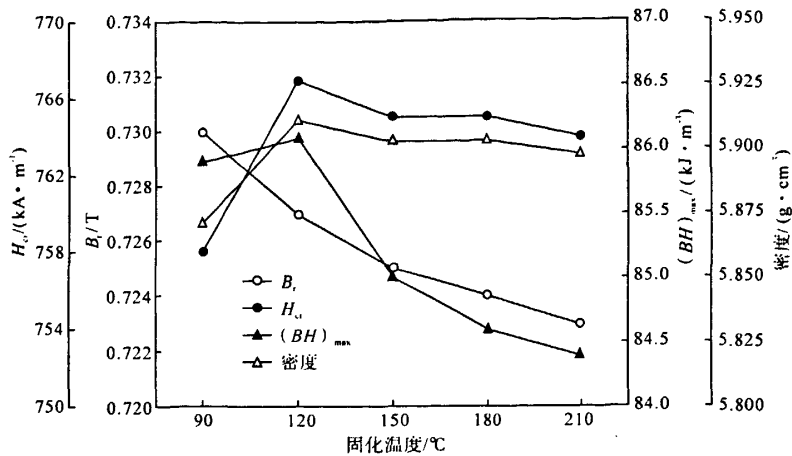


图 3 固化温度对粘结磁体性能的影响

Fig.3 Relationship between thermosetting temperature and magnet properties

图 3 为固化温度对磁体性能影响的关系曲线。由图 3 可知,在 130 °C 之前,剩磁、矫顽力、磁能积随固化温度升高而升高,130 °C 后随温度升高,剩磁、矫顽力、磁能积降低。这是因为在 130 °C 左右改性环氧树脂和磁粉发生交联反应,由线形结构交联成网状结构,将磁体紧紧拉在一起,使磁粉颗粒之间的间隙更小,接触更紧密,磁体性能提高。但是随着温度继续升高,磁体氧化现象逐渐明显,磁体外围的磁粉首先被氧化,继而磁体内部的磁粉也逐渐氧化。磁体内部的氧化是在制备过程中,磁体内部空隙中不可避免的有空气封闭在内,且在温度升高时空隙中的

气体温度升高、压强增大,使反应活性增强,促使空气与磁粉的氧化反应发生。剩磁是随着固化温度和固化时间的增加逐渐减小的,这是因为磁体在 150 °C 环境下会缓慢的退磁,磁粉的氧化不断加剧所导致。

模压温度和保压时间对磁体性能的影响如图 4、5 所示。由图 4 可知,在 90~100 °C 范围随着模压温度升高,磁体性能 B_r 、 $(BH)_{max}$ 、 H_{cj} 降低;之后随模压温度升高磁性能逐渐升高;在 130~140 °C 范围,随模压温度升高磁性能下降。

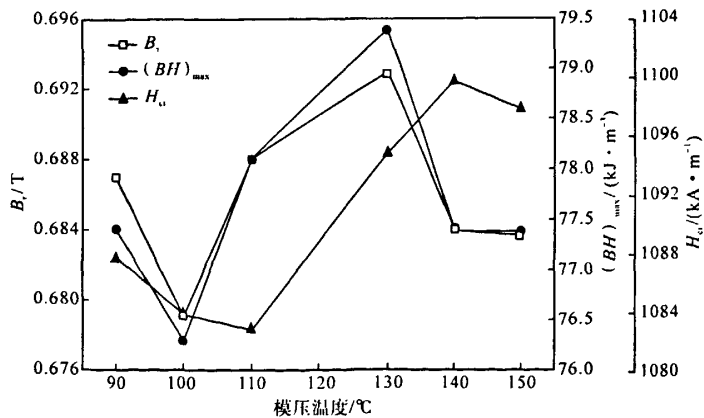


图 4 模压温度对粘结磁体性能的影响

Fig.4 Effect of compaction temperature on bonded magnet properties

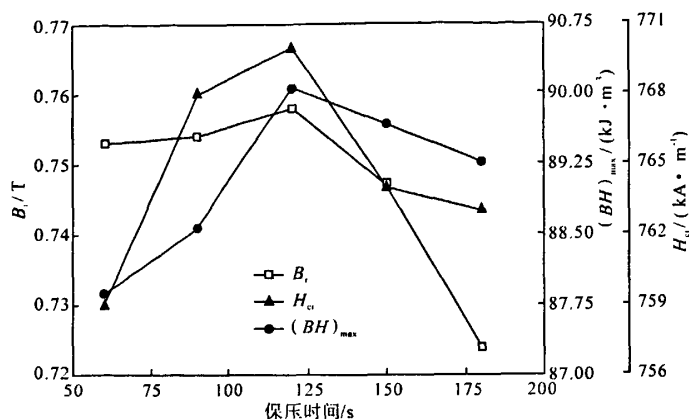


图5 保压时间对粘结磁体性能的影响

Fig.5 Effect of dwell time on bonded magnet properties

改性环氧树脂是高分子聚合物,在固化过程中它与固化剂形成三维网状结构。热固性树脂在交联前与热塑性树脂相似,同属于线性聚合物,在低于固化温度时表现出良好的塑性。成型时这些分子自带的反应基团和固化剂交联在一起,形成紧密的刚性体型结构。交联的过程分为三个阶段^[9]:①甲阶段:在90~100℃范围有良好的可溶、可溶性,随着温度升高,粘结剂由固体逐渐向液体转变,粘结剂分子从冻结状态向运动状态转变,磁粉与磁粉之间互相粘连,磁粉间的摩擦力增大,磁粉不易流动。同时,粘结剂中产生的小分子气体随温度升高,粘结磁体中的气孔体积增大,缺陷增多,致使粘结磁体的密度降低,严重影响了磁性能。100~130℃粘结剂粘度变小,磁粉的流动性进一步增强,磁粉能均匀填充模腔内的各处空间,磁粉间的间隙减小,压制后的磁体各处密度均匀一致。温度升至130℃时,粘结剂与磁粉的混合流动性达到最大,磁粉之间能够紧密的粘结在一起,形成致密的粘结体。②乙阶段:高于130℃时,分子间开始产生交联键,此时树脂的可溶、可溶性下降,但仍然可塑。③丙阶段:此阶段温度达到固化温度,反应速率在此温度下迅速升高,在很短的时间内粘结剂分子交联成网状结构,树脂达到不溶不熔的深度交联,磁粉没有来得及自由流动,固化反应就完成了,致使模腔填充不完全。

由图5可知,随保压时间的延长, B_r , $(BH)_{max}$, H_{ci} 呈上升趋势,保压时间为120s时磁性能最佳,之后延长保压时间, B_r , $(BH)_{max}$, H_{ci} 又下降。其原因是片状磁粉在保压过程中相对滑动,模具中的空隙

得到充分填补,压力在磁体中传递更加充分,磁体各部分受力均匀,磁粉变形并相互啮合,磁体性能升高。继续延长保压时间,粉末之间的空隙逐渐减小,磁粉在压力下变形达到最大程度并开始断裂,损坏了晶体的晶格结构,导致磁体性能下降。

3 结论

与传统环氧树脂粘结NdFeB磁体相比,改性环氧树脂粘结NdFeB磁体具有更高的磁性能;用改性环氧树脂作粘结剂,在模压温度130℃、保压时间2min、固化时间120min、固化温度120℃的条件下制备的磁体,其磁性能最佳。

参考文献:

- [1] 刘颖,涂铭旌.高性能的尼龙1010粘结NdFeB永磁材料的制备[J].复合材料学报,1999,16(3):7-11.
- [2] CROAT J. Current status and future outlook for bonded neodymium permanent magnet[J]. J Appl Phys, 1997, 81(8):4804-4809.
- [3] 电子部磁性材料及器件编辑部.粘结永磁材料制作和应用技术文集[M].绵阳:电子部磁性材料及器件编辑部,1994:94-101.
- [4] 刘颖,涂铭旌.磁性高分子粘结钕铁硼磁体的性能[J].复合材料学报,1999,16(2):12-14.
- [5] 陈德波,查五生,刘锦云.粘结剂含量对粘结NdFeB磁体磁性能和抗压强度的影响[J].稀土,2008,29(3):72-74.
- [6] 李军,刘颖,高升吉.高性能粘结钕铁硼磁体的制备[J].中国稀土学报,2004,22(3):331-335.

- [7] 张虹,白书欣,赵恂. 粘结 NdFeB 磁体用粘结剂[J]. 磁性材料及器件,2001,32(3):14-16.
- [8] STURIALE A, VA'ZQUEZ A, CISILINO A, et al. Enhancement of the adhesive joint strength of the epoxy-amine system via the addition of a resole-type phenolic resin international [J]. Journal of Adhesion & Adhesives, 2007, 2(27):156-164.
- [9] 王小妹. 高分子加工原理与技术[M]. 北京:化学工业出版社,2006:270-270.

Investigation on the bonded NdFeB magnets made by using modified epoxy resin

ZHU Hai-yan, ZHANG Min-gang

(Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: An investigation was carried out on the bonded NdFeB magnets made by using modified epoxy resin as adhesive under different process conditions. The results show that the magnetic properties of the bonded NdFeB is better than that of the NdFeB made using traditional epoxy resin. The magnetic properties go up to the peak when the molding temperature is 130℃, dwell time 2 min, curing temperature 120℃ and curing time 120min.

Key words: modified epoxy resin; bonded permanent magnet; adhesive; warm compaction; magnetic properties