



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108242307 A

(43)申请公布日 2018.07.03

(21)申请号 201810016104.X

(22)申请日 2018.01.08

(71)申请人 北京工业大学

地址 100124 北京市朝阳区平乐园100号

(72)发明人 刘卫强 奚望 岳明 尹玉霞
胡瑞金 杜逸晖 张东涛 张红国

(74)专利代理机构 北京思海天达知识产权代理
有限公司 11203

代理人 张立改

(51)Int.Cl.

H01F 1/057(2006.01)

H01F 41/02(2006.01)

B22F 1/00(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页

(54)发明名称

一种基于高耐温粘结体系的各向同性粘结NdFeB磁体及其制备方法

(57)摘要

一种基于高耐温粘结体系的各向同性粘结NdFeB磁体及其制备方法,属于功能材料技术领域。本发明采用各向同性NdFeB磁粉为磁性物质,以化学改性后的水性环氧树脂/硅酸钠复合物为粘结剂,制得高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体。所得的磁体具有优异的耐温性能,良好的磁学性能,较小的吸湿率及出色的力学性能,能满足200℃下正常使用。在整个实施过程中,操作简单、成本较低,适合大规模生产,较高的经济价值,在永磁材料领域具有较大的应用空间。

1. 一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体,其特征在於,是以各向同性NdFeB磁粉和水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂为主要组成,再加入适量表面活性剂和润滑剂而制得的粘结磁体;其中制备水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂主要原料为环氧树脂、聚乙二醇、马来酸酐和硅酸钠;磁体组成原料的质量百分比为:各向同性磁粉91-96%、水性环氧树脂/硅酸钠复合粘结剂2-8%、表面活性剂0.5-1%、润滑剂0.5-1%。

2. 按照权利要求1所述的一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体,其特征在於,所述的环氧树脂为E-42、E-44、E-51、E-54和E-55中的一种或几种。

3. 按照权利要求1所述的一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体,其特征在於,所述的聚乙二醇为PEG-800、PEG-1000、PEG-2000中的一种或几种。

4. 按照权利要求1所述的一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体,其特征在於,所述的表面活性剂为硬脂酸、铝酸酯、钛酸酯、KH550、KH560、KH570中的一种或几种。

5. 按照权利要求1所述的一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体,其特征在於,所述的润滑剂为石蜡、丙三醇、硅酸酯、硅油中的一种或几种。

6. 制备权利要求1-5任一项所述的高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体的方法,其特征在於,包括以下步骤:

第一步,将一定量的聚乙二醇和马来酸酐在30-90℃下搅拌反应1-7小时;然后加入一定量的环氧树脂,在90-130℃下搅拌反应3-8小时,随后得到水性环氧树脂;

第二步,将第一步得到的水性环氧树脂加入蒸馏水,混合成30-70wt.%固含量的环氧乳液,然后与硅酸钠水溶液按一定质量比在室温下混合均匀,得到水溶性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂;

第三步,将各向同性的NdFeB磁粉与表面活性剂中一种或几种混合均匀,得到混合磁粉A;

第四步,将第三步得到的粘结磁粉A与第二步得到的水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂按一定比例混合,搅拌均匀直至磁粉呈松散状后,添加润滑剂后搅拌均匀,喷洒有机溶剂,加快粘结剂中水分的挥发,继续搅拌,直至松散状,得到混合磁粉B;总质量按100%计算,其中NdFeB磁粉占91%-96%,表面活性剂占0.5%-1%,润滑剂占0.5%-1%,化学复合粘结剂占2%-8%;

第五步,将第四步得到的混合磁粉B置于模具中振实,在模压成型机中压制成型,脱模得到初始磁体坯,然后将磁体坯置于等静压设备中,压强为100MPa-500MPa,保压时间20-300s,得到致密化磁体坯C;

第六步,将第五步得到的致密化磁体坯C置于真空或惰性气体保护的环境中固化,得到高耐温性能的各项同性NdFeB磁体;固化温度为175-200℃,固化时间30-40min。

7. 按照权利要求6所述的方法,其特征在於,第一步所述的一定量的聚乙二醇、马来酸酐和环氧树脂,三者摩尔比例为1:(1-3):(1-4)。

8. 按照权利要求6所述的方法,其特征在於,第二步所述的环氧乳液与硅酸钠水溶液按照质量比1:5-9的比例混合。

9. 按照权利要求6所述的方法,其特征在於,所述的硅酸钠水溶液,模数范围1.6-3.4,波美度范围38-51°。

10. 按照权利要求6所述的方法,其特征在於,第四步所述的有机溶剂为丙酮、乙醇、甲

醇、乙酸乙酯、甲苯中的一种或几种。

一种基于高耐温粘结体系的各向同性粘结NdFeB磁体及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种具有耐高温性能的各向同性粘结钕铁硼 (NdFeB) 磁体及其制备方法。属于功能材料技术领域。

背景技术

[0002] NdFeB粘结永磁材料是由NdFeB磁粉加入粘合剂而制成,在上世纪80年代被成功开发出来,作为一种高性能永磁材料,近年来发展十分迅速;由于粘结NdFeB永磁材料磁性能稳定、成本较低、易批量生产、易于加工成尺寸较小且较精密的零件而被广泛应用于电子电器、自动化设备及汽车制造领域等;现阶段粘结磁体主要有四种成型方法:模压成型、注塑成型、挤压成型和压延成型;其中模压成型由于方法简单,粘结剂量添加少,磁性能较高,所以受到广泛的关注。

[0003] 但是由于受到环氧粘结剂本身的耐温性能影响,限制了粘结磁体在高温环境中的使用;因此,开发新型高耐温粘结体系的各向同性粘结NdFeB磁体用以在较高温度下正常工作是十分必要的。

[0004] 在2017年申请的专利201710135252.9中介绍了一种高性能粘结NdFeB磁体及其制备方法,采用氯化聚乙烯复合环氧的粘结体系来制备粘结磁体,其缺点在于氯化聚乙烯的耐温性能较差,不能在高温工况下正常使用。

[0005] 在1997年日本申请的专利JP 09129466中报道了一种采用硅酸钠作为粘结剂制备磁体零部件的方法,制得的部件可以在高温环境中正常工作;但磁体部件存在吸湿大的问题。

[0006] 在2015年申请的专利201510660957.3中介绍了一种高耐温各向同性粘结NdFeB磁体及制备方法,由于硅酸钠具有较高的耐温性和强度,而环氧树脂具有良好的韧性、耐腐蚀性、耐吸湿性等优点,采用硅酸钠与环氧树脂物理混合的粘接体系来制备粘结磁体,能够有效的增加粘结磁体的耐温性能,但硅酸钠与环氧树脂分别属于亲水性和疏水性,相容性较差,不能充分混合形成均匀的粘接体系,从而对磁体的力学性能及耐吸湿性能影响较大。

发明内容

[0007] 针对上述粘结NdFeB磁体及制备方法的不足,本发明目的在于提供一种基于新型高耐温粘接体系的各向同性粘结NdFeB磁体及其制备方法,通过制备一种水性环氧/硅酸钠化学复合粘结体系来用于粘结NdFeB磁体,能够大幅提高其粘结体系的相容性及粘结磁体的耐温性能,使其工作环境温度达到200℃,且有效的改善了粘结磁体力学性能和耐吸湿。

[0008] 本发明的一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体,其特征在于,是以各向同性NdFeB磁粉和水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂为主要组成,再加入适量表面活性剂和润滑剂而制得的粘结磁体;其中制备水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂主要原料为环氧树脂、聚乙二醇、马来酸酐和硅酸钠。磁体组成原料的质量百分比为:各向同性磁粉91-

96%、水性环氧树脂/硅酸钠复合粘结剂2-8%、表面活性剂0.5-1%、润滑剂0.5-1%；

[0009] 所述的环氧树脂为E-42、E-44、E-51、E-54和E-55中的一种或几种；

[0010] 所述的聚乙二醇为PEG-800、PEG-1000、PEG-2000中的一种或几种；

[0011] 所述的表面活性剂为硬脂酸、铝酸酯、钛酸酯、KH550、KH560、KH570中的一种或几种；

[0012] 所述的润滑剂为石蜡、丙三醇、硅酸酯、硅油中的一种或几种；

[0013] 本发明制备一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体过程如下，包括六个步骤：

[0014] 第一步，将一定量的聚乙二醇和马来酸酐在30-90℃下搅拌反应1-7小时；然后加入一定量的环氧树脂，在90-130℃下搅拌反应3-8小时，随后得到水性环氧树脂；

[0015] 第二步，将第一步得到的水性环氧树脂加入蒸馏水，混合成30-70wt.%固含量的环氧乳液，然后与硅酸钠水溶液按一定质量比在室温下混合均匀，得到水溶性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂。

[0016] 第三步，将各向同性的NdFeB磁粉与表面活性剂中一种或几种混合均匀，得到混合磁粉A；

[0017] 第四步，将第三步得到的粘结磁粉A与第二步得到的水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂按一定比例混合，搅拌均匀直至磁粉呈松散状后，添加润滑剂后搅拌均匀，喷洒有机溶剂，加快粘结剂中水分的挥发，继续搅拌，直至松散状，得到混合磁粉B；总质量按100%计算，其中NdFeB磁粉占91%-96%，表面活性剂占0.5%-1%，润滑剂占0.5%-1%，化学复合粘结剂占2%-8%；

[0018] 第五步，将第四步得到的混合磁粉B置于模具中振实，在模压成型机中压制成型，脱模得到初始磁体坯，然后将磁体坯置于等静压设备中，压强为100MPa-500MPa，保压时间20-300s，得到致密化磁体坯C。

[0019] 第六步，将第五步得到的致密化磁体坯C置于真空或惰性气体保护的环境中固化，得到高耐温性能的各项同性NdFeB磁体；固化温度为175-200℃，固化时间30-40min。

[0020] 第一步所述的一定量的聚乙二醇、马来酸酐和环氧树脂，三者摩尔比例为1：(1-3)：(1-4)。

[0021] 第二步所述的环氧乳液与硅酸钠水溶液按照质量比1：5-9的比例混合制得。

[0022] 所述的硅酸钠水溶液，模数范围1.6-3.4，波美度范围38-51°。

[0023] 第四步所述的有机溶剂为丙酮、乙醇、甲醇、乙酸乙酯、甲苯中的一种或几种。

[0024] 粘结磁体工艺较为简单，可以制备形状复杂的零件，易于批量生产、尺寸精确度高，但常规的各向同性粘结NdFeB磁体的并不能满足长期高温使用，从这方面限制了粘结NdFeB磁体的应用领域。所以，开发高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体在扩宽应用领域方面具有非常大的意义。

[0025] 本发明与现有技术相比具有以下有益效果。

[0026] 应用本发明制备的各向同性粘结NdFeB磁体的耐温性能显著提高，能够满足200℃的环境下正常使用；与物理混合硅酸钠/环氧树脂粘结体系制备的粘结磁体相比，化学复合硅酸钠/环氧树脂粘结体依旧保持较高的磁性能的同时，具备优异的力学性能及耐吸湿性能，抗压强度最高达到120MPa，吸湿率最低下降到0.3%。

具体实施方式：

[0027] 下面结合具体实施例对本发明做进一步说明,但本发明并不限于以下实例。

[0028] 实施例1:一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体的制备方法,按以下步骤进行:权利要求书中涉及到比例范围一定要在实施例中体现上限、下限和居中的数值。

[0029] 第一步,将0.2mol聚乙二醇800和0.2mol的马来酸酐在90℃下搅拌反应1小时,然后加入0.2mol的环氧树脂E42,在90℃下搅拌8小时,随后得到水性环氧树脂。

[0030] 第二步,将第一步得到的水性环氧树脂加入蒸馏水,混合成30wt.%固含量的环氧乳液,然后与硅酸钠粘结剂(模数1.6,波美度38°)按质量比为1:9在室温下混合均匀,得到水溶性环氧树脂/硅酸钠复合粘结剂。

[0031] 第三步,将91g各向同性的NdFeB磁粉与0.5g的硬脂酸混合均匀,得到混合磁粉A1。

[0032] 第四步,在第三步得到的粘结磁粉A1中添加8g的水性环氧树脂/硅酸钠复合粘结剂,搅拌均匀直至磁粉呈松散状后,添加0.5g的石蜡喷洒2ml的乙醇,加快粘结剂中水分的挥发,继续搅拌,直至松散状,得到混合磁粉B1。

[0033] 第五步,将第四步得到的混合磁粉B1置于模具中振实,在模压成型机中压制成型,脱模得到初始磁体坯,然后将磁体坯置于等静压设备中,压强为100MPa,保压时间300s,得到致密化磁体坯C1。

[0034] 第六步,将第五步得到的致密化磁体坯C1置于真空或惰性气体保护的環境中在175℃温度下固化40min,得到高耐温性能的各项同性NdFeB磁体1#(化学复合)。

[0035] 采用本实施实例相同的工艺步骤,将水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂替换成相同质量的水性环氧树脂/硅酸钠物理混合粘结剂,制得的各向同性粘结磁体1#"(物理混合)。

[0036] 本实施实例所得两种各向同性粘结NdFeB磁体1#(化学复合)、1#"(物理混合)的室温20℃和200℃下的磁性能如表1所示。本实施实例所得两种各向同性粘结NdFeB磁体1#(化学复合)、1#"(物理混合)的抗压性能和耐吸湿性能如表2所示。

[0037] 表1各向同性粘结NdFeB磁体1#(化学复合),1#"(物理混合)室温20℃和200℃下的磁性能

[0038]

样品	剩磁 (kG)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MGOe)
1#(室温)(化学复合)	4.879	8.754	5.166
1#(200℃)(化学复合)	3.745	3.067	2.287
1#"(室温)(物理混合)	4.688	8.457	4.790
1#"(200℃)(物理混合)	3.667	2.986	2.198

[0039] 表2各向同性粘结NdFeB磁体1#(化学复合),1#"(物理混合)室温下的抗压强度

[0040]

样品	抗压强度 (MPa)	吸湿率 (%)
1#(化学复合)	120	1.1
1#"(物理混合)	86	2.0

[0041] 实施例2:一种高耐温性能各向同性粘结NdFeB磁体的制备方法,按以下步骤进行:

[0042] 第一步,将0.2mol聚乙二醇2000和0.6mol的马来酸酐在30℃下搅拌反应7小时,然后加入0.8mol的环氧树脂E55,在130℃下搅拌3小时,随后得到水性环氧树脂。

[0043] 第二步,将第一步得到的水性环氧树脂加入蒸馏水,混合成70wt.%固含量的环氧乳液,然后与硅酸钠粘结剂(模数3.4,波美度51°)按质量比为1:5在室温下混合均匀,得到水溶性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂。

[0044] 第三步,将96g各向同性的NdFeB磁粉与1g的KH570混合均匀,得到混合磁粉A2。

[0045] 第四步,在第三步得到的粘结磁粉A2中添加2g的水性环氧树脂/硅酸钠复合粘结剂,搅拌均匀直至磁粉呈松散状后,添加1g的硅油喷洒4ml的甲醇,加快粘结剂中水分的挥发,继续搅拌,直至松散状,得到混合磁粉B2。

[0046] 第五步,将第四步得到的混合磁粉B1置于模具中振实,在模压成型机中压制成型,脱模得到初始磁体坯,然后将磁体坯置于等静压设备中,压强为500MPa,保压时间20s,得到致密化磁体坯C2。

[0047] 第六步,将第五步得到的致密化磁体坯C1置于真空或惰性气体保护的环境中在200℃温度下固化30min,得到高耐高温性能的各项同性NdFeB磁体2#(化学复合)。

[0048] 采用本实施实例相同的工艺步骤,将水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂替换成相同质量的水性环氧树脂/硅酸钠物理混合粘结剂,制得的各向同性粘结磁体2#"(物理混合)。

[0049] 本实施实例所得到的两种各向同性粘结NdFeB磁体2#(化学复合)、2#"(物理混合)的室温20℃和200℃下的磁性能如表3所示。本实施实例所得两种各向同性粘结NdFeB磁体2#(化学复合)、2#"(物理混合)的抗压性能和耐吸湿性能如表4所示。

[0050] 表3各向同性粘结NdFeB磁体2#(化学复合),2#"(物理混合)室温20℃和200℃下的磁性能

[0051]

样品	剩磁 (kG)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MGOe)
2# (室温) (化学复合)	6.350	9.625	8.851
2# (200℃) (化学复合)	4.804	4.744	4.256
2#" (室温) (物理混合)	6.289	9.582	8.431
2#" (200℃) (物理混合)	4.617	4.326	4.154

[0052] 表4各向同性粘结NdFeB磁体2#(化学复合),2#"(物理混合)室温下的抗压强度和耐吸湿性能

[0053]

样品	抗压强度 (MPa)	吸湿率 (%)
2# (化学复合)	86	0.3
2#" (物理混合)	55	0.8

[0054] 实施例3:一种高耐高温性能各向同性粘结NdFeB磁体的制备方法,按以下步骤进行:

[0055] 第一步,将0.2mol聚乙二醇1000和0.4mol的马来酸酐在60℃下搅拌反应5小时,然后加入0.6mol的环氧树脂E51,在110℃下搅拌6小时,随后得到水性环氧树脂。

[0056] 第二步,将第一步得到的水性环氧树脂加入蒸馏水,混合成50wt.%固含量的环氧乳液,然后与硅酸钠粘结剂(模数3.0,波美度41°)按质量比为1:6在室温下混合均匀,得到

水溶性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂。

[0057] 第三步,将95g各向同性的NdFeB磁粉与0.6g的KH550混合均匀,得到混合磁粉A3。

[0058] 第四步,在第三步得到的粘结磁粉A3中添加4g的水性环氧树脂/硅酸钠复合粘结剂,搅拌均匀直至磁粉呈松散状后,添加0.4g的硅酸酯喷洒3ml的乙酸乙酯,加快粘结剂中水分的挥发,继续搅拌,直至松散状,得到混合磁粉B3。

[0059] 第五步,将第四步得到的混合磁粉B3置于模具中振实,在模压成型机中压制成型,脱模得到初始磁体坯,然后将磁体坯置于等静压设备中,压强为240MPa,保压时间200s,得到致密化磁体坯C3。

[0060] 第六步,将第五步得到的致密化磁体坯C3置于真空或惰性气体保护的环境中在190℃温度下固化35min,得到高耐高温性能的各项同性NdFeB磁体3#(化学复合)。

[0061] 采用本实施实例相同的工艺步骤采用本实施实例相同的工艺步骤,将水性环氧树脂/硅酸钠化学复合粘结剂替换成相同质量的水性环氧树脂/硅酸钠物理混合粘结剂,制得的各向同性粘结磁体3#”(物理混合)。

[0062] 本实施实例所得到的两种各向同性粘结NdFeB磁体3#(化学复合)、3#”(物理混合)的室温20℃和200℃下的磁性能如表5所示。本实施实例所得两种各向同性粘结NdFeB磁体3#(化学复合)、3#”(物理混合)的抗压性能和耐吸湿性能如表6所示。

[0063] 表5各向同性粘结NdFeB磁体3#(化学复合),3#”(物理混合)室温20℃和200℃下的磁性能

[0064]

样品	剩磁 (kG)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MGOe)
3# (室温) (化学复合)	6.185	9.657	8.452
3# (200℃) (化学复合)	4.262	4.789	4.021
3#” (室温) (物理混合)	6.069	9.585	8.416
3#” (200℃) (物理混合)	4.188	4.635	3.979

[0065] 表6各向同性粘结NdFeB磁体3#(化学复合),3#”(物理混合)室温下的抗压强度和耐吸湿性能

[0066]

样品	抗压强度 (MPa)	吸湿率 (%)
3# (化学复合)	96	0.6
3#” (物理混合)	68	1.3