



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105118597 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201510601576. 8

(22) 申请日 2015. 09. 18

(71) 申请人 江苏普隆磁电有限公司

地址 226600 江苏省南通市海安县工业园区
(陈港村一组)

(72) 发明人 杨平达 陈志祥 薛强 顾红
丁蓉

(74) 专利代理机构 北京驰纳智财知识产权代理
事务所(普通合伙) 11367

代理人 蒋路帆

(51) Int. Cl.

H01F 1/057(2006. 01)

H01F 41/02(2006. 01)

G22C 33/06(2006. 01)

G22C 33/02(2006. 01)

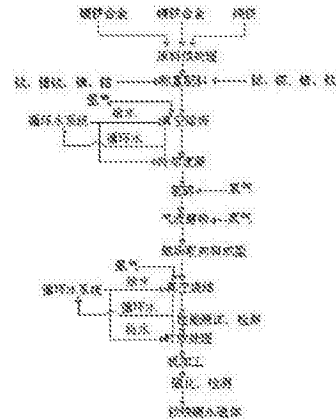
权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种高性能钕铁硼永磁体及其生产方法

(57) 摘要

本发明提供了一种高性能钕铁硼永磁体及其生产方法,其中高性能钕铁硼永磁体,其创新点在于:其包含以下重量分数的组分:硼铁合金(B:0.95~1.12wt%)、镝铁合金(Dy:0~1.0wt%)、纯铁(Fe:66.38~69.75wt%)和稀土元素(RE:29.3~31.5wt%)。生产方法具体为将配比量的硼铁合金、镝铁合金和纯铁进行原料预处理;在完成了预处理的原料中按配比量加入稀有元素,混合料装料后制备速凝片,然后氢碎处理,气流磨粉,磁场取向和材料压制成型;烧结、回火及冷却,最后经过烧结后的材料经过性能检测、机加工和磁化检测,最终形成钕铁硼永磁体。



1. 一种高性能钕铁硼永磁体,其特征在于:其包含以下重量分数的组分:0.98 ~ 1.05wt%硼铁合金、0 ~ 0.2wt%镨铁合金、68.95-69.52wt%纯铁和 29.5 ~ 29.8wt%稀土元素。

2. 根据权利要求1所述的高性能钕铁硼永磁体,其特征在于:所述稀土元素包括钕、镨钕、,微量元素包括钴铜、镓、锆和钛元素;其中,稀土元素钕/镨钕、钴、铜、镓、锆和钛的各自比例为:29.3 ~ 31.5% :0 ~ 1% :0 ~ 0.25% :0 ~ 0.3% :0 ~ 0.3% :0 ~ 0.3%。

3. 根据权利要求1所述的高性能钕铁硼永磁体,其特征在于:所述硼铁合金中硼和铁的重量比为 19.3 ~ 19.8%:80.2 ~ 80.7%;镨铁合金中镨和铁的重量比为 19.0 ~ 20.1%:79.9 ~ 81%。

4. 根据权利要求2所述的高性能钕铁硼永磁体,其特征在于:镨钕中镨和钕的重量比为 20 ~ 25% :75 ~ 80%。

5. 一种权利要求1所述的高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其特征在于:所述生产方法具体步骤如下:

1) 将配比量的硼铁合金、镨铁合金和纯铁进行原料预处理,除去其中的铁锈和其他杂质;

2) 在完成了预处理的原料中按配比量加入稀有元素,混合均匀形成混合料;其中,稀有元素包括钕、镨钕、钴铜、镓、锆和钛;

3) 将步骤2)混合料装料后,先将炉抽真空至 0.4Pa 以下,预热 20 ~ 30min 后,充入 2.7×10^4 Pa 的氩气,接着进行大功率熔化,熔化时间为 25 ~ 35min,熔清后静置 3 ~ 5min 后进行浇铸;

4) 将步骤3)中真空熔炼完成的钕铁硼合金熔液倒入莫来石中间包,进过循环水冷的铜辊轮进行冷却浇铸,最后到水冷盘中进行冷却,冷却时通入 0.03MPa 氩气补气冷却;辊轮表面线速度控制 1.0-1.5m/s,铜轮冷却水温控制 25-45℃,制备的速凝片控制在 0.25-0.45mm;

5) 将已完成冷却的钕铁硼合金置于氢气环境中,进行氢碎处理,使钕铁硼合金变成粗粉;

6) 经过氢碎后的钕铁硼合金粗粉采用高压气流进行气流磨粉;使钕铁硼合金粗粉相互碰撞后成为细粉;

7) 经过气流磨粉后的钕铁硼磁粉通过磁场取向成型方法进行磁场取向和材料压制成型;

8) 确定了磁场取向和成型后的材料放到真空烧结炉中在密闭、真空和充满氩气的环境下依次进行烧结、回火及冷却工艺,并通过循环水系统进行冷却;

9) 经过烧结后的材料经过性能检测、机加工和磁化检测,最终形成钕铁硼永磁体。

6. 权利要求5所述的高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其特征在于:步骤8)中烧结工艺采用真空二步烧结法进行材料的烧结,具体步骤为:先升温至 300 ~ 350℃,保持温度 6 ~ 8 小时去氢;再升温至 1060 ~ 1070℃烧结 2 ~ 2.5 小时,最后降温至 1030 ~ 1040℃保持温度烧结 2 ~ 2.5 小时,烧结完成后采用风冷降温冷却。

7. 权利要求5所述的高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其特征在于:所述步骤5)中的氢碎处理具体步骤为:将速凝片装料后,开排放阀门至系统压力至常压,进行正负压测

试,直至真空度达到 $3.5 \times 10^{-1} \text{Pa}$,充氢气后 5-15 分钟,调大氢气流量,当压力降至 0.067MPa 以下时打开氩气进行补充;吸氢结束后,打开排期阀,当真空度至 $1.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 后开始加热至 $560-600^\circ\text{C}$,开始脱氢;脱氢时间 4-8 小时,真空度在 5.5Pa 以下时脱氢结束,关闭加热,冷却后出料。

8. 权利要求 5 所述的高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其特征在于:所述步骤 7) 中进行压制成型工艺时加入有成型添加剂;所述成型添加剂包括抗氧化剂和润滑剂,其中,抗氧化剂的加入量为 $0.2 \sim 0.4 \text{wt}\%$,润滑剂的加入量为 $0.1 \sim 0.3 \text{wt}\%$ 。

9. 权利要求 8 所述的高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其特征在于:所述抗氧化剂为硼酸三丁酯或乙醚,所述润滑剂为牌号为 120# 的汽油或乙醚。

10. 权利要求 5 所述的高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其特征在于:所述步骤 7) 中的磁场选用高频磁振场。

一种高性能钕铁硼永磁体及其生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及稀土永磁材料技术领域,尤其涉及一种高性能钕铁硼永磁体,还涉及一种高性能钕铁硼永磁体的生产方法。

背景技术

[0002] 作为一类稀土永磁材料,钕铁硼永磁体由于具有优异的磁性能而被称为“磁王”。烧结钕铁硼永磁体广泛应用于计算机技术、自动化技术、电机工程、医疗设备、音响设备、网络信息、通讯、机械、交通等领域。应用高性能烧结钕铁硼永磁体,不仅可提高磁性器件的工作性能,而且亦可实现器件的小型化或者微型化,降低能耗。然而,该类永磁材料亦存在化学稳定性、温度稳定性、强韧性比较差的弱点,限制了其应用领域的进一步扩大。高性能永磁材料通常用高斯单位制中的磁能积的数值(以 MGOe 为单位)与内禀矫顽力的数值(以 kOe 为单位)的相加值 A 表示永磁材料的综合磁性能指标 $(BH)_{\max}/\text{MGOe} + H_{cj}/\text{kOe} = A$,而永磁材料的磁能积取决于剩余磁化强度与矫顽力,在矫顽力足够高的条件下,永磁体的磁能积可表示为:

[0003]

$$(BH)_{\max} = \frac{1}{4} \mu_0 M_s^2 \left[1 - \frac{\mu_0 (M_s - M_r) M_s}{2K_h} \right]$$

$$\rightarrow \frac{1}{4} \mu_0 M_s^2 \rightarrow \frac{1}{4} \mu_0 M_r^2$$

[0004] 烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的剩磁 B_r 和最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 主要由烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的氧含量、密度, Nd₂Fe₁₄B 相(主相)的体积百分数以及晶粒取向度决定。提高烧结 Nd-Fe-B 磁体最大磁能积的关键是提高磁体的剩磁;考虑影响剩磁的各种因素,得出下面的关系式: $B_r \propto (I_s \cdot \beta) \cdot (\rho / \rho_0) \cdot (1 - \alpha) \cdot f$

[0005] 其中: I_s 为 Nd₂Fe₁₄B 相的饱和磁化强度; β 为 I_s 的温度系数; ρ / ρ_0 为相对密度; α 为非磁性相的体积分数; f 为 Nd₂Fe₁₄B 晶粒的取向度。根据这个方程,可以推断出提高烧结 Nd-Fe-B 永磁材料的剩磁能够采用以下措施:1) 提高磁体的相对密度,增加 Nd₂Fe₁₄B 相的体积百分含量;2) 优化磁体的微观结构;3) 提高 Nd₂Fe₁₄B 相晶粒的取向度。

[0006] 现有技术中,添加 Dy、Co、Nb、Zr、Ga 等元素,优化合金成分设计,同时应用合适的表面处理方法,有利于克服烧结钕铁硼永磁体的这些性能方面的不足之处,以达到实际应用的要求。例如中国专利 CN 102832003 A 公开了一种钕/铁/硼基永磁体,其包含以下组分:16-25wt% 的 Nd;4-10wt% 的 Dy;0-1.2wt% 的 Tb;2-13wt% 的组分 R,其中组分 R 选自 Pr、Ce、Gd 或 Y 或其组合;1.4-9wt% 的组分 T,其中组分 T 选自 Co、Cu 或 Al、或其组合;0.1-0.6wt% 的组分 M,其中组分 M 选自 Zr、Ti 或 Mo、或其组合;0.9-1.1wt% 的 B;以及余量至 100wt% 的 Fe。制备方法为:(1) 形成合金带,所述合金包含 16-25wt% 的 Nd;4-10wt% 的 Dy;0-1.2wt% 的 Tb;2-13wt% 的组分 R,其中组分 R 选自 Pr、Ce、Gd 或 Y、或其组合;

1. 4-9wt%的组分 T,其中组分 T 选自 Co、Cu 或 Al、或其组合 ;0. 1-0. 6wt%的组分 M,其中组分 M 选自 Zr、Ti 或 Mo、或其组合 ;0. 9-1. 1wt%的 B ;以及余量至 100wt%的 Fe 和, (2) 由所述合金带得到精细粉末, (3) 将所述精细粉末在磁场中排列,并压制成生坯, (4) 将所述生坯通过冷等静压进一步压制成更高密度的坯体,以及 (5) 对生坯进行烧结,然后对烧结的压块进行热处理和退火。该技术方案烧结的钕 / 铁 / 硼基永磁体在组成中添加少量的 Dy 和非常少的 Tb 或没有 Tb 时,仍具有高的矫顽力和良好的热稳定性,是一种矫顽力高和热稳定性良好且原材料成本低的烧结的钕 / 铁 / 硼基永磁体。

[0007] 再如中国专利 CN 102723166 A 公开了一种钕铁硼永磁体,其特征在于:所述钕铁硼永磁体包括新料及废料,所述新料成分中镨钕含量为 40 ~ 90%,其余为铁、钴、镍、铜、铝、硼,所述镨钕中镨和钕的重量比为 1 : 3 ;所述废料为各种钕铁硼永磁体的边角料,其稀土总含量为 20 ~ 40% ;所述新料及废料按重量比为:新料 ≤ 40%,废料 ≥ 60%。

[0008] 但是,以上技术方案中均为了获得高性能磁体,降低 Nd 元素含量,以获得体积分数高的磁性主相,但随之而来的是铸锭中。α -Fe 的大量析出,α -Fe 的塑性好,增加了铸锭的韧性,使随后的破碎和制粉过程变得困难,而且降低粉末的取向。如果采用气流磨制粉,强韧性的 α -Fe 难以破碎,可能改变最终设计成分,相对提高了磁体的 Nd 含量。此外还产生富 Nd 区,使得在烧结期间局部区域的晶粒过于长大,它非常容易氧化并使磁体退化。这些都严重影响磁性能的提高。为此需采用合适的工艺减少或消除铸锭中的 α -Fe。

发明内容

[0009] 为克服现有技术中存在的钕铁硼永磁体的材料材料可加工性差、抗氧化性较差、磁性能不高,一致性较差,以及现有手机用振动磁环性能较低的问题,本发明提供了一种高性能钕铁硼永磁体及其生产方法。

[0010] 为了解决上述问题,本发明提供的技术方案为:一种高性能钕铁硼永磁体,其创新点在于:其包含以下重量分数的组分:0. 98 ~ 1. 05wt% 硼铁合金、0 ~ 0. 2wt% 镨铁合金、68. 95-69. 52wt% 纯铁和 29. 5 ~ 29. 8wt% 稀土元素;其中,硼铁合金(B:0. 95 ~ 1. 12wt%)、镨铁合金(Dy :0 ~ 1. 0wt%)、纯铁(Fe :66. 38 ~ 69. 75wt%) 和稀土元素(RE :29. 3 ~ 31. 5wt%)。

[0011] 在此基础上,其包含以下重量分数的组分:硼铁合金 0. 99wt%、镨铁合金 0. 2wt%、纯铁 27. 82wt%和稀土元素(70. 99wt%)。

[0012] 在此基础上,所述稀土元素包括钕、镨钕、钴、铜、镓、锆和钛元素;其中,稀土元素钕 / 镨钕、钴、铜、镓、锆和钛的各自比例为:29. 3 ~ 31. 5% :0 ~ 1% :0 ~ 0. 25%) :0 ~ 0. 3% :0 ~ 0. 3% :0 ~ 0. 3%。

[0013] 在此基础上,所述硼铁合金中硼和铁的重量比为 19. 3 ~ 19. 8% :80. 2 ~ 80. 7% ;镨铁合金中镨和铁的重量比为 19. 0 ~ 20. 1% :79. 9 ~ 81%。

[0014] 在此基础上,镨钕中镨和钕的重量比为 20 ~ 25% :75 ~ 80%。

[0015] 本发明另一个目的是提供一种高性能钕铁硼永磁体的生产方法,其创新点在于:所述生产方法具体步骤如下:

[0016] 1) 将配比量的硼铁合金、镨铁合金和纯铁进行原料预处理,除去其中的铁锈和其他杂质;

[0017] 2) 在完成了预处理的原料中按配比量加入稀有元素,混合均匀形成混合料;其中,稀有元素包括钕/镨钕、钴、铜、镓、锆和钛;

[0018] 3) 将步骤 2) 混合料装料后,先将炉抽真空至 0.4Pa 以下,预热 20 ~ 30min 后,充入 2.7×10^4 Pa 的氩气,接着进行大功率熔化,熔化时间为 25 ~ 35min,熔清后静定 3 ~ 5min 后进行浇铸;

[0019] 4) 将步骤 3) 中真空熔炼完成的钕铁硼合金熔液倒入莫来石中间包,进过循环水冷的铜辊轮进行冷却浇铸,最后到水冷盘中进行冷却,冷却时通入 0.03MPa 氩气补气冷却;辊轮表面线速度控制 1.0-1.5m/s,铜轮冷却水温控制 25-45℃,制备的速凝片控制在 0.25-0.45mm;

[0020] 5) 将已完成冷却的钕铁硼合金置于氢气环境中,进行氢碎处理,使钕铁硼合金变成粗粉;

[0021] 6) 经过氢碎后的钕铁硼合金粗粉采用高压气流进行气流磨粉;使钕铁硼合金粗粉相互碰撞后成为细粉;

[0022] 7) 经过气流磨粉后的钕铁硼磁粉通过磁场取向成型方法进行磁场取向和材料压制成型;

[0023] 8) 确定了磁场取向和成型后的材料放到真空烧结炉中在密闭、真空和充满氩气的环境下依次进行烧结、回火及冷却工艺,并通过循环水系统进行冷却;

[0024] 9) 经过烧结后的材料经过性能检测、机加工和磁化检测,最终形成钕铁硼永磁体。

[0025] 在此基础上,步骤 8) 中烧结工艺采用真空二步烧结法进行材料的烧结,具体步骤为:先升温至 300 ~ 350℃,保持温度 6 ~ 8 小时去氢;再升温至 1060 ~ 1070℃烧结 2 ~ 2.5 小时,最后降温至 1030 ~ 1040℃保持温度烧结 2 ~ 2.5 小时,烧结完成后采用风冷降温冷却。

[0026] 在此基础上,所述步骤 5) 中的氢碎处理具体步骤为:将速凝片装料后,开排放阀门至系统压力至常压,进行正负压测试,直至真空度达到 3.5×10^1 Pa,充氢气后 5-15 分钟,调大氢气流量,当压力降至 0.067MPa 以下时打开氩气进行补充。吸氢结束后,打开排期阀,当真空度至 1.0×10^2 Pa 后开始加热至 560-600℃,开始脱氢。脱氢时间 4-8 小时,真空度在 5.5×10^1 Pa 以下时脱氢结束,关闭加热,冷却后出料。

[0027] 在此基础上,所述步骤 7) 中进行压制成型工艺时加入有成型添加剂;所述成型添加剂包括抗氧化剂和润滑剂,其中,抗氧化剂的加入量为 0.2 ~ 0.4wt%,润滑剂的加入量为 0.1 ~ 0.3wt%。

[0028] 在此基础上,所述抗氧化剂为硼酸三丁酯或乙醚,所述润滑剂为牌号为 120# 汽油或是乙醚。

[0029] 在此基础上,所述步骤 7) 中的磁场选用高频磁振场。

[0030] 与现有技术相比,本发明的有益效果如下:

[0031] (1) 本发明的钕铁硼永磁体,包括 0.98 ~ 1.05wt% 硼铁合金、0 ~ 0.2wt% 镨铁合金、68.95-69.52wt% 纯铁和 29.5 ~ 29.8wt% 稀土元素;具体的,硼铁合金中 B 占 0.95 ~ 1.12wt%、镨铁合金中 Dy 占 0 ~ 1.0wt%、纯铁中 Fe 占 66.38 ~ 69.75wt% 和稀土元素中占 29.3 ~ 31.5wt%,在 20℃ 下具有剩磁 1.41-1.46T,内禀矫顽力为 995-1255KA/m,具有的内禀矫顽力的温度系数为 0.45-0.60% /℃。

[0032] (2) 本发明的生产方法通过控制速凝工艺中的合金熔体温度、冷却速凝等工艺参数抑制 α -Fe 相的析出,并分析其对主相的增加所产生的作用,保证原材料生成的磁性相不变,提供良好的片状结构和微观组织,本发明的速凝技术可以实现柱状晶的良好生长,保证柱状晶有高的定向度,实现晶粒细小均匀。

[0033] (3) 本发明的生产方法中采用添加抗氧化剂和润滑剂,如合适量的硼酸三丁酯,钕铁硼专业保护剂,120# 汽油,能有效控制烧结过程中晶粒的长大,提高磁体磁性能,降低材料的含氧量,使烧制过程中永磁体的抗氧化性增强。

[0034] (4) 本发明的生产方法采用高频磁振场取向成型,提高了烧结钕铁硼永磁体的密度、各向异性场,采用高频磁振场参数改善坯体密度均匀性、烧结后磁体硬磁相的组织状态、取向度、相体积含量以及减少磁交换耦合效应。

[0035] (5) 本申请中制备的永磁体速凝片,合金厚度达到 0.2-0.4mm,晶粒细小均匀,富钕分布均匀。

[0036] (6) 本申请采用真空二步烧结工艺提高烧结钕铁硼磁体,使得永磁体致密性、均匀性好,能更进一步的抑制晶粒长大现象。

附图说明

[0037] 图 1 是本发明钕铁硼永磁体生产方法的流程示意图;

[0038] 图 2 是本发明实施例 6 的速凝片断面 SEM 图;

[0039] 图 3 是本发明实施例 6 经氢破再经气流磨后放大 500 倍的颗粒样品的 SEM 图;

[0040] 图 4 是本发明实施例 6 经氢破再经气流磨后放大 1000 倍的颗粒样品的 SEM 图;

[0041] 图 5 是本发明实施例 6 经氢破再经气流磨后放大 2000 倍的颗粒样品的 SEM 图;

[0042] 图 6 是本发明实施例 6 气流磨所得磁粉的粒度分布图;

[0043] 图 7 是本发明实施例 6 中 NdFeB 样品放大 2000 倍的 SEM 图;

[0044] 图 8 是本发明实施例 6 中 NdFeB 样品放大 1000 倍的 SEM 图;

[0045] 图 9 是本发明实施例 6 中 NdFeB 样品放大 800 倍的 SEM 图;

[0046] 图 10 是本发明实施例 6 中 NdFeB 样品放大 500 倍的 SEM 图。

具体实施方式

[0047] 以下结合附图和实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0048] 实施例 1

[0049] 一种钕铁硼永磁体,包含以下重量分数的组分:硼铁合金 1.03wt%、镨铁合金 0.5wt%、纯铁 68.27wt%和稀土元素 30.2wt%。

[0050] 其中,本实施例中稀土元素包括钕 / 镨钕、钴、铜、镓、锆和钛元素;钕 / 镨钕、钴、铜、镓、锆和钛的各自比例为:30.2% :1.0% :0.2% :0.2% :0.15% :0.1%。

[0051] 硼铁合金中硼和铁的重量比为 19.5% :80.5%;镨铁合金中镨和铁的重量比为 19% :81%。

[0052] 镨钕中镨和钕的重量比为 20% :80%。

[0053] 本实施例的钕铁硼永磁体具有的剩磁为 1.41-1.42T,内禀矫顽力为 995-1118kA/

m, 具有的内禀矫顽力的温度系数为 0.5-0.58% / °C。

[0054] 实施例 2

[0055] 一种钕铁硼永磁体, 包含以下重量分数的组分: 硼铁合金 0.995wt%、镨铁合金 0.8wt%、纯铁 67.705wt% 和稀土元素 30.5wt%。

[0056] 其中, 本实施例中稀土元素包括钕 / 镨钕、钴、铜、镓、锆和钛元素; 钕 / 镨钕、钴、铜、镓、锆和钛的各自比例为: 30.5% : 0.5% : 0.3% : 0.2% : 0.1% : 0.1%。

[0057] 硼铁合金中硼和铁的重量比为 19.5% : 80.5%; 镨铁合金中镨和铁的重量比为 19% : 81%。

[0058] 镨钕中镨和钕的重量比为 20% : 80%。

[0059] 本实施例的钕铁硼永磁体具有剩磁为 1.415-1.425T, 内禀矫顽力为 1156-1250KA/m, 具有的内禀矫顽力的温度系数为 0.52-0.55% / °C。

[0060] 实施例 3

[0061] 一种钕铁硼永磁体, 包含以下重量分数的组分: 硼铁合金 1.0wt%、镨铁合金 0.5wt%、纯铁 68.5wt% 和稀土元素 30wt%。

[0062] 其中, 本实施例中稀土元素包括钕 / 镨钕、钴、铜、镓、锆和钛元素; 钕、镨钕、钴、铜、镓、锆和钛的各自比例为: 30% : 0.3% : 0.1% : 0.15% : 0.1% : 0.1%。

[0063] 硼铁合金中硼和铁的重量比为 19.5% : 80.5%; 镨铁合金中镨和铁的重量比为 19% : 81%。

[0064] 镨钕中镨和钕的重量比为 20% : 80%。

[0065] 本实施例的钕铁硼永磁体具有剩磁为 1.39-1.415T, 内禀矫顽力为 995-1150KA/m, 具有的内禀矫顽力的温度系数为 0.5-0.6% / °C。

[0066] 实施例 4

[0067] 实施例 1、2 或 3 任何一种钕铁硼永磁体的生产方法, 具体如下:

[0068] 1) 将以上任意一种配比量的硼铁合金、镨铁合金和纯铁进行常规的原料预处理, 除去其中的铁锈和其他杂质;

[0069] 2) 在完成了预处理的原料中按上述对应的配比量加入稀有元素, 混合均匀形成混合料;

[0070] 3) 将步骤 2) 混合料装料后, 先将炉抽真空至 0.4Pa 以下, 预热 25min 后, 充入 2.7×10^4 Pa 的氩气, 接着进行大功率熔化, 熔化时间为 35min, 熔清后静定 4min 后进行浇铸;

[0071] 4) 将步骤 3) 中真空熔炼完成的钕铁硼合金熔液倒入莫来石中间包, 经过循环水冷的铜辊轮进行冷却浇铸, 最后到水冷盘中进行冷却, 冷却时通入 0.03MPa 氩气补气冷却; 辊轮表面线速度控制 1.0m/s, 铜轮冷却水温控制 25-45 °C, 制备的速凝片控制在 0.25-0.45mm。

[0072] 5) 将已完成冷却的钕铁硼合金置于氢气环境中, 进行氢碎处理, 使钕铁硼合金变成粗粉;

[0073] 6) 经过氢碎后的钕铁硼合金粗粉采用高压气流进行气流磨粉; 使钕铁硼合金粗粉相互碰撞后成为细粉; 其中, 氢碎处理具体步骤为: 将速凝片装料后, 开排放阀门至系统压力至常压, 进行正负压测试, 直至真空度达到 $3.5E^{-1}$ Pa, 充氢气后 5-15 分钟, 调大氢气流

量,当压力降至 0.067MPa 以下时打开氩气进行补充。吸氢结束后,打开排期阀,当真空度至 $1.0E^2Pa$ 后开始加热至 560-600℃,开始脱氢。脱氢时间 4-8 小时,真空度在 5.5Pa 以下时脱氢结束,关闭加热,冷却后出料。

[0074] 7) 经过气流磨粉后的钕铁硼磁粉通过磁场取向成型方法进行高频磁振场取向和材料压制成型;

[0075] 8) 确定了磁场取向和成型后的材料放到真空烧结炉中在密闭、真空和充满氩气的环境下依次进行烧结、回火及冷却工艺,并通过循环水系统进行冷却;其中,烧结工艺采用真空二步烧结法进行材料的烧结,具体步骤为:步骤 8) 中烧结工艺采用真空二步烧结法进行材料的烧结,具体步骤为:先升温至 300℃,保持温度 6 小时去氢;再升温至 1070℃烧结 2 小时,最后降温至 1040℃保持温度烧结 2 小时,烧结完成后采用风冷降温冷却。

[0076] 9) 经过烧结后的材料经过性能检测、机加工和磁化检测,最终形成钕铁硼永磁体。

[0077] 实施例 5

[0078] 在实施例 4 的基础上,本实施例在进行实施例 4 步骤 7) 中进行压制成型工艺时加入有成型添加剂;成型添加剂包括抗氧化剂和润滑剂,其中,抗氧化剂的加入量为 0.3Wt%,润滑剂的加入量为 0.2Wt%。

[0079] 具体的,采用的抗氧化剂为硼酸三丁酯,同时还可以为汽油或乙醚,

[0080] 采用的润滑剂为牌号为 120# 的汽油,同时还可以为乙醚。

[0081] 实施例 6

[0082] 在实施例 1、2 或 3 的基础上,采用实施例 4 或实施例 5 的生产方法,制备重量百分含量为 Nd29.5Co1Cu0.15Fe67.99B1.01TM0.35 的速凝片(其中 TM 代表其他微量元素)

[0083] 然后,将制备的速凝片置于可抽真空的烧结炉内,抽真空,通入氢气,使烧结炉内的氢气压力保持在 $5 \times 10^5 Pa$,保持 2 小时,保持压力冷却至室温后抽真空脱氢,在真空度达到 1kPa 以下后开始升温至 565℃保温 3 小时脱氢,脱氢结束后冷却至室温。得到氢破物。

[0084] 接着,在氮气的保护下将氢破物置于高压氮气气流磨中磨粉,如图 3~5 经氢破再经气流磨后三种放大倍数下的颗粒样品的 SEM 图所示:至主相合金粉末的平均粒度在 $2.95 \mu m$,粉末分散度 $(D90-D10)/(2D50)$ 小于 0.55,得到磁粉;将获得的磁粉放入混粉机中进行混粉。如图 6 所示,经气流磨所得磁粉的粒度分布图。

[0085] 然后,将混合均匀磁粉在高频磁振场对坯体进行取向压制,烧结钕铁硼压制成型工艺流程为,自动称粉,装料,模冲对压,保压,退磁,上模冲向上开模,下模冲向上顶出压坯,取出压坯。其中添加润滑剂对磁粉压型取向影响研究表明,适量的添加润滑剂可以提高粉末在压制成型时的流动性,其中添加的润滑剂为牌号为 120# 的汽油,润滑剂的加入量为 1.5Wt%。提高取向度与剩余磁化强度。

[0086] 再在 200MPa 进行冷等静压压制 60 秒,得到成型后半成品。

[0087] 将成型后产品送入烧结炉进行烧结,采用真空二步烧结工艺提高烧结钕铁硼磁体致密性、均匀性,抑制晶粒长大现象,烧结过程如下:升温至 300℃,保持温度 6 小时去氢;再升温至 1070℃烧结 2 小时,最后降温至 1040℃保持温度烧结 2 小时,烧结完成后采用风冷降温冷却。

[0088] 然后进行二级回火处理,分别在 900℃热处理回火 2 小时和 500℃热处理回火 2 小时;得到如图 7~10 所示的钕铁硼磁材料。

[0089] 将所得钕铁硼磁材料加工成 10*10*10 的 3 个样品,各个样品磁体性能表所示:

[0090]

	Br(kGs)	H _{cb} (kA/m)	H _{cj} (kA/m)	(BH) max (kJ/m ³)	HK/H _c j	密度 (g/cm ³)
样品例 1	14.364	13.38	13.752	50.7	0.981	7.53
样品例 2	14.42	13.4	12.8	51.2	0.973	7.57
样品例 3	14.52	13.53	12.37	52.03	0.968	7.55

[0091] 上述说明示出并描述了本发明的优选实施例,如前所述,应当理解本发明并非局限于本文所披露的形式,不应看作是对其他实施例的排除,而可用于各种其他组合、修改和环境,并能够在本文所述发明构想范围内,通过上述教导或相关领域的技术或知识进行改动。而本领域人员所进行的改动和变化不脱离本发明的精神和范围,则都应在本发明所附权利要求的保护范围内。

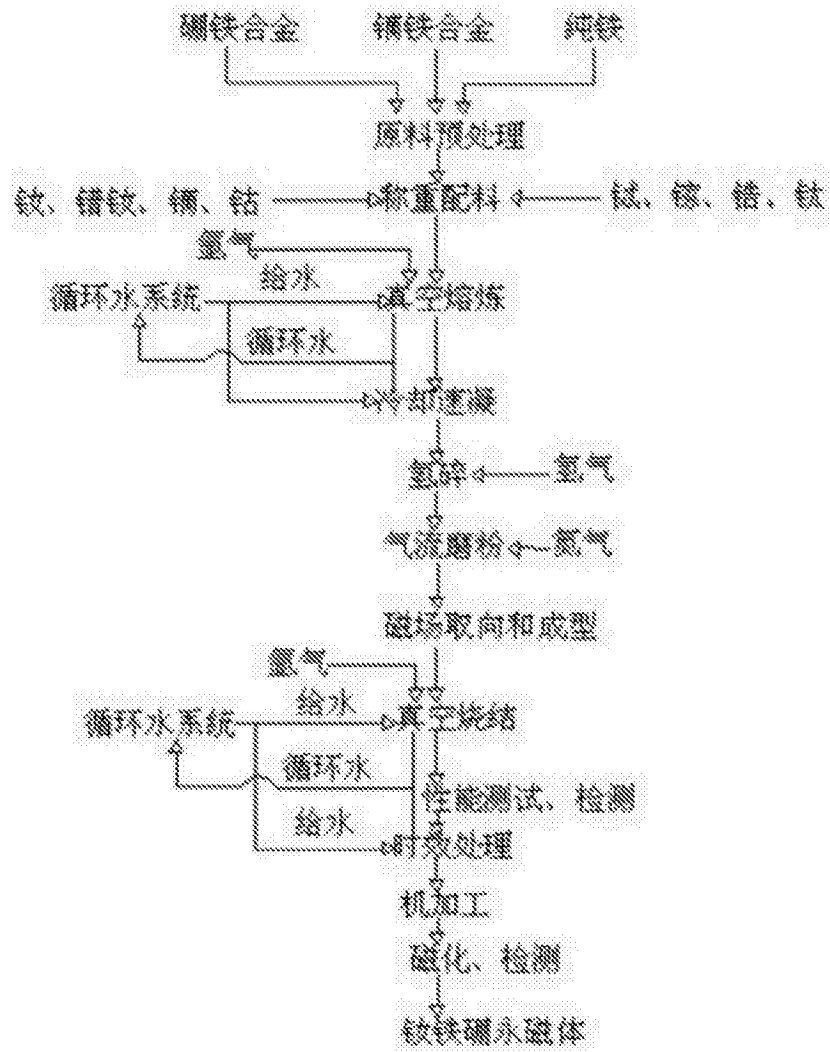


图 1

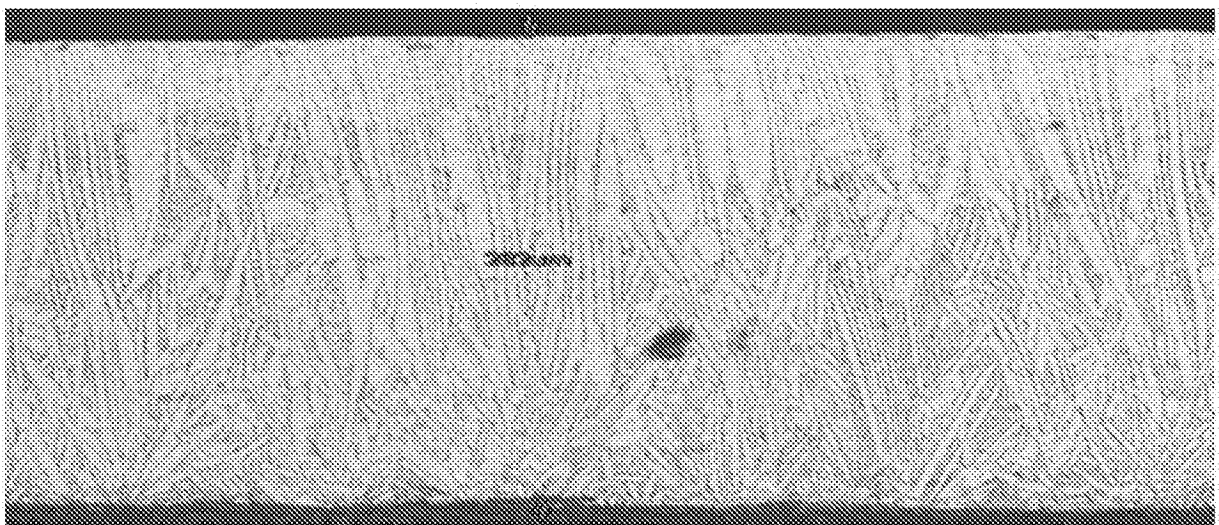


图 2

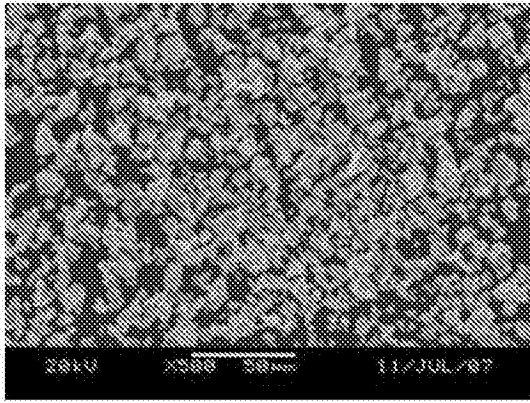


图 3

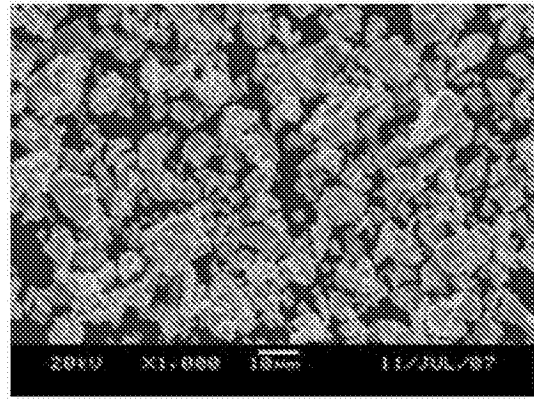


图 4

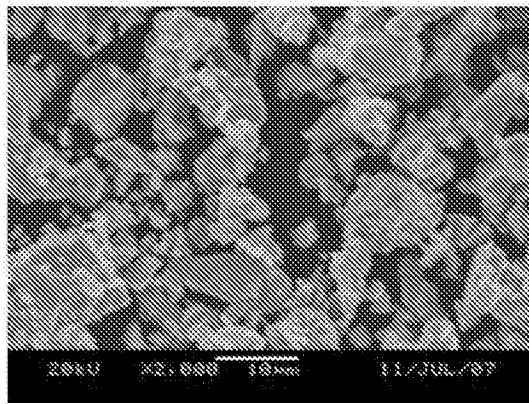


图 5

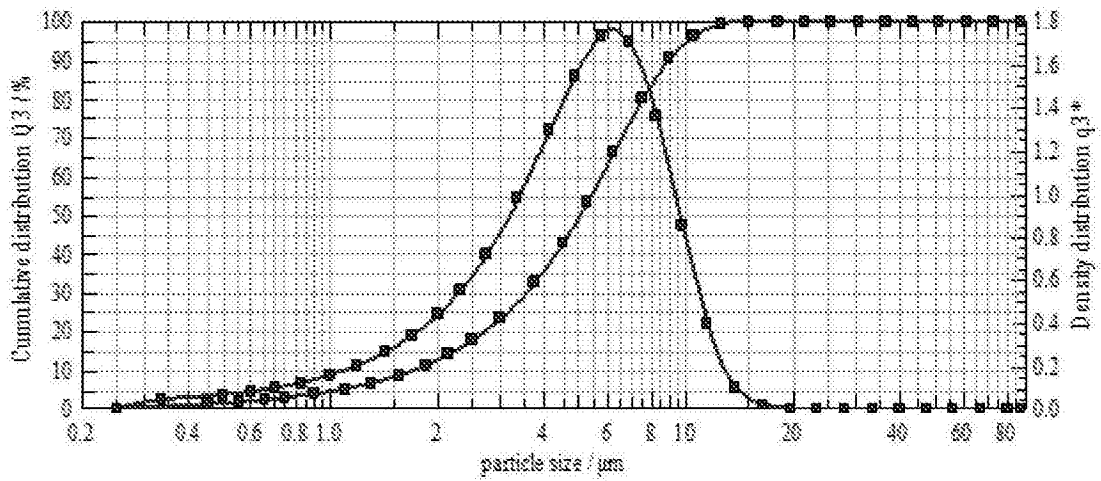


图 6

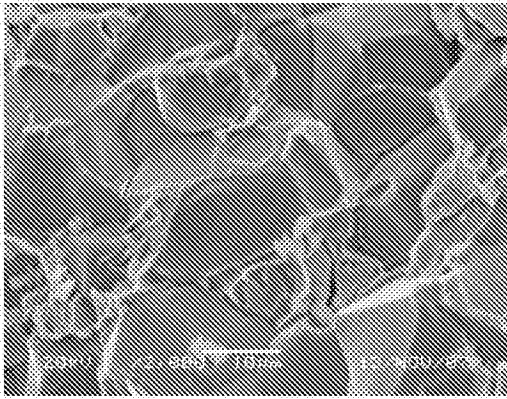


图 7

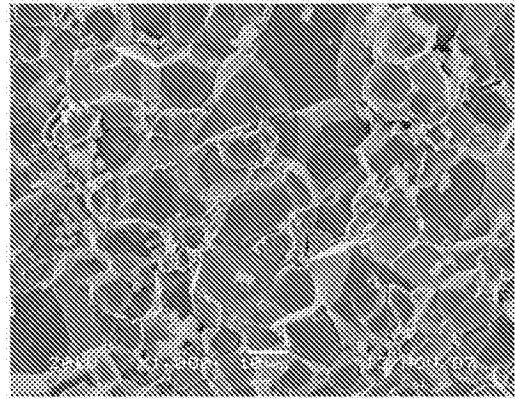


图 8

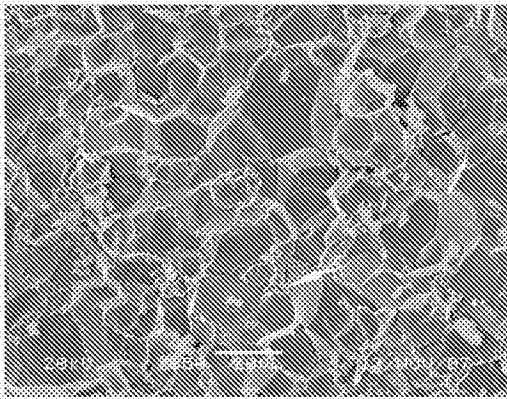


图 9

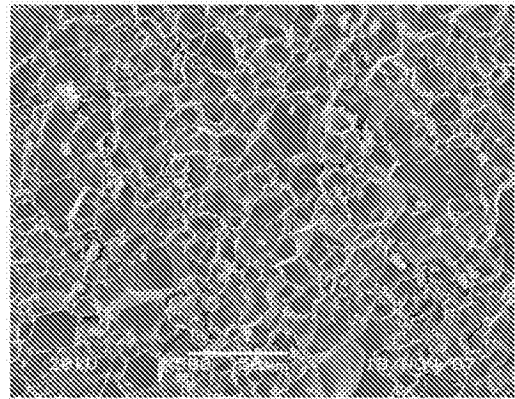


图 10