



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103366943 A

(43) 申请公布日 2013. 10. 23

(21) 申请号 201310301718. X

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2013. 07. 17

H01F 41/02(2006. 01)

H01F 1/057(2006. 01)

(71) 申请人 宁波韵升股份有限公司

地址 315040 浙江省宁波市江东区民安路
348 号

申请人 宁波韵升磁体元件技术有限公司
宁波韵升高科磁业有限公司
宁波韵升特种金属材料有限公司
包头韵升强磁材料有限公司

(72) 发明人 李海晞 丁勇 吕向科 蒋小察
张民

(74) 专利代理机构 宁波奥圣专利代理事务所
(普通合伙) 33226

代理人 程晓明

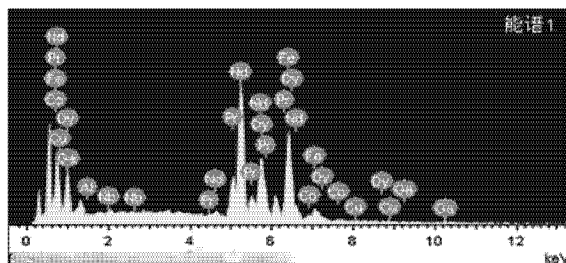
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,该方法将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体,所述的烧结钕铁硼薄片磁体的厚度小于 14mm;对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理;对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理,其中沉积膜为重稀土合金膜,沉积膜厚度 $\leq 20\mu\text{m}$;将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理;优点是重稀土合金膜对烧结钕铁硼薄片磁体的表面主相及晶界相进行填充和修补,部分重稀土合金膜进入主相晶粒的外延层,部分重稀土合金膜中的元素扩散进入晶界相,由此在保证烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本不下降的基础上,提高了烧结钕铁硼薄片磁体的矫顽力。



1. 一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,其特征在于包括以下步骤:

①将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体,所述的烧结钕铁硼薄片磁体的厚度小于 14mm;

②对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理;

③对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理,其中沉积膜为重稀土合金膜,沉积膜厚度 $\leq 20 \mu\text{m}$;

④将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理。

2. 根据权利要求 1 所述的一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,其特征在于所述的步骤③中的重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Dy、Tb 和 Ho 中的一种或多种的组合, Tm 为过渡族元素或 Al、Ga 中的一种或多种的组合, x 和 y 表示重量百分比含量, $0 < x \leq 100, 0 \leq y < 100$ 。

3. 根据权利要求 1 所述的一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,其特征在于所述的步骤④中的二级晶界热处理工艺具体为:一级热处理温度为 $650^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$,一级热处理时间为 0.5 小时 \sim 10 小时;二级热处理温度为 $300^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$,二级热处理时间为 1 小时 \sim 5 小时。

4. 根据权利要求 1 所述的一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,其特征在于所述的步骤①中的烧结钕铁硼磁体是通过铸片、氢碎、气流磨、成型和烧结工艺制备而成。

一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种提高烧结钕铁硼磁体性能的方法,尤其是涉及一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法。

背景技术

[0002] 作为第三代稀土永磁材料的钕铁硼稀土永磁材料,由于具有高剩磁、高矫顽力和高磁能积的特点,已广泛应用于电力电子、通讯、信息、电机、交通运输、办公自动化、医疗器械和军事等领域。随着产品小型化和高度集成化的发展,烧结钕铁硼磁体也向大功率化(高转速和高转矩)、高功能化以及薄片化(磁体厚度小于 14mm)方向发展。

[0003] 烧结钕铁硼磁体主要由 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 、富 Nd 相和富 B 相组成,其中 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 是磁性相,决定剩磁和磁能积,富 Nd 相和烧结钕铁硼磁体的微观结构决定磁体的矫顽力。从烧结钕铁硼磁体的反磁化机理来看,主要是反磁化畴在晶界处形核机制,这样就决定了磁性相的边界结构和物理特性对烧结钕铁硼磁体的矫顽力具有重要的作用。由于烧结钕铁硼磁体基本需要通过机械加工,在加工过程,磁体表层形貌遭到破坏,对磁体整体性能造成影响。特别是当磁体厚度比较小时,烧结钕铁硼薄片磁体表面缺陷和加工损伤,主相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 暴露,表面富 Nd 相随着磁体表面积比增大而按比例缺失严重,从而产生晶体结构缺陷,烧结钕铁硼薄片磁体矫顽力下降表现非常明显。

[0004] 为了提高烧结钕铁硼薄片磁体的矫顽力,目前主要有两种方法:第一种方法是在熔炼钕铁硼合金时中加入重稀土元素 Dy、Tb 和 Ho 中的至少一种, $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (R 是 Dy、Tb 和 Ho 元素中的一种或几种的组合)的各向异性场高于 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的各向异性场,因此添加重稀土元素 Dy、Tb、Ho 都能使磁体矫顽力大幅度增加,但是由于熔炼温度较高,部分重稀土金属蒸发,造成重稀土金属损失,由此导致重稀土金属 Dy、Tb 和 Ho 用量大,成本较高;第二种方法是通过改善磁体的微观组织和磁性相的边界结构来提高磁体的矫顽力,该方法是用富含重稀土元素 Dy、Tb、Ho 的合金作为辅相,主相合金成分接近 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 化学成分计量比,然后将主相合金和辅相合金混合烧结,本方法能有效地使重稀土元素分布在主相晶粒的边界,减少了熔炼时重稀土的损耗,但是同时在后续烧结热处理过程中,较多的重稀土元素进入主相,也使得 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相内部铁原子磁矩与重稀土元素发生反铁磁耦合,导致剩磁和最大磁能积的下降。

发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题是提供一种在保证剩磁和最大磁能积基本不下降的基础上,提高矫顽力的提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法。

[0006] 本发明解决上述技术问题所采用的技术方案为:一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,包括以下步骤:

[0007] ①将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体,所述的烧结钕铁硼薄片磁体的厚度小于 14mm;

- [0008] ②对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理；
- [0009] ③对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理，其中沉积膜为重稀土合金膜，沉积膜厚度 $\leq 20 \mu\text{m}$ ；
- [0010] ④将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理。
- [0011] 所述的步骤③中的重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜，其中 R 为重稀土元素 Dy、Tb 和 Ho 中的一种或多种的组合，Tm 为过渡族元素或 Al、Ga 中的一种或多种的组合，x 和 y 表示重量百分比含量， $0 < x \leq 100$ ， $0 \leq y < 100$ 。
- [0012] 所述的步骤④中的二级晶界热处理工艺具体为：一级热处理温度为 $650^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$ ，一级热处理时间为 0.5 小时 \sim 10 小时；二级热处理温度为 $300^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ ，二级热处理时间为 1 小时 \sim 5 小时。
- [0013] 所述的步骤①中的烧结钕铁硼磁体是通过铸片、氢碎、气流磨、成型和烧结工艺制备而成。
- [0014] 与现有技术相比，本发明的优点在于通过在烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理，沉积膜为重稀土合金膜，然后对经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理，首先该重稀土合金膜沉积在烧结钕铁硼薄片磁体的表面，对烧结钕铁硼薄片磁体的表面主相及晶界相进行填充和修补，在二级晶界热处理过程中，重稀土合金膜部分进入主相晶粒的外延层，部分重稀土合金膜中的元素扩散进入烧结钕铁硼薄片磁体的晶界相，由此在保证烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本不下降的基础上，提高了烧结钕铁硼薄片磁体的矫顽力。
- [0015] 当重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜，其中 R 为重稀土元素 Dy、Tb 和 Ho 中的一种或多种的组合，Tm 为过渡族元素或 Al、Ga 中的一种或多种的组合时，在物理气相沉积处理过程中可以保证重稀土合金膜的沉积厚度一致性较好，由此保证烧结钕铁硼薄片磁体的矫顽力的一致性。

附图说明

- [0016] 图 1 (a) 为烧结钕铁硼薄片磁体在溅射 Dy 晶界热扩散后的电镜图一；
- [0017] 图 1 (b) 为图 1 (a) 中的晶界上取的点所在的晶界处元素分布情况；
- [0018] 图 2 (a) 为烧结钕铁硼薄片磁体在溅射 Dy 晶界热扩散后的电镜图二；
- [0019] 图 2 (b) 为图 2 (a) 中的晶粒上取的点所在的晶界处元素分布情况。

具体实施方式

- [0020] 以下结合附图实施例对本发明作进一步详细描述。
- [0021] 实施例一：一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法，包括以下步骤：
- [0022] ①将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体，烧结钕铁硼薄片磁体的大小（长度 \times 宽度 \times 厚度）为 $30\text{mm} \times 20\text{mm} \times 2.2\text{mm}$ ，烧结钕铁硼磁体的各组分及其含量分别为：28.2%（质量百分比）的 Nd、0.9%（质量百分比）的 Dy、69.9%（质量百分比）的 Fe、余量为 B；
- [0023] ②对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理；
- [0024] ③对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理，其中沉积膜为重稀土合金膜，沉积膜厚度为 $0.8 \mu\text{m}$ ，物理气相沉积处理工艺为弧镀；

[0025] ④将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理,二级晶界热处理工艺具体为:一级热处理温度为 800℃,一级热处理时间为 8 小时;二级热处理温度为 390℃,一级热处理时间为 1.5 小时。

[0026] 本实施例中,烧结钕铁硼磁体通过铸片、氢碎、气流磨、成型和烧结等工艺制备而成。重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Dy, Tm 为过渡族元素或 Al、Ga 中的一种或多种的组合, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 100, y 为 0。

[0027] 选取本实施例的方法中的步骤②得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为参考样本,将参考样本分为 8 批次进行后续步骤③的物理气相沉积处理和步骤④的二级晶界热处理,得到 8 个批次的烧结钕铁硼薄片磁体的测试样本,对参考样本和 8 个批次的测试样本的磁性能进行测试,测试数据如下表 1 所示:

[0028] 表 1:实施例一测试数据表

[0029]

样本	膜厚度 (μm)	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	最大磁能积 (MGsOe)	Hk/Hcj
参考样本	0	13.98	12.19	46.8	0.964
第 1 批次测试样本	0.804	13.97	13.69	46.6	0.966
第 2 批次测试样本	0.799	13.85	13.89	46.2	0.962
第 3 批次测试样本	0.802	13.89	13.78	46.3	0.962
第 4 批次测试样本	0.801	13.90	13.73	47.1	0.970
第 5 批次测试样本	0.807	13.96	13.80	46.5	0.969
第 6 批次测试样本	0.799	13.96	13.60	47.7	0.975
第 7 批次测试样本	0.804	13.88	13.60	46.1	0.960
第 8 批次测试样本	0.800	13.93	13.62	46.7	0.962

[0030] 分析表 1 可知:采用本发明的方法处理得到的烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本没有变化,矫顽力得到了较明显的提高,同时,各个批次的烧结钕铁硼薄片磁体的矫顽力的一致性较高,稀土合金膜的沉积厚度一致性较好,由此可知本发明的方法的工艺一致性能好。

[0031] 实施例二:一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,包括以下步骤:

[0032] ①将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体,烧结钕铁硼薄片磁体的大小(长度×宽度×厚度)为 25mm×25mm×2mm,烧结钕铁硼磁体的各组分及其含量分别为:28.2% (质量百分比)的 Nd、0.9% (质量百分比)的 Dy、69.9% (质量百分比)的 Fe、余量为 B;

[0033] ②对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理;

[0034] ③对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理,其中沉积膜为重稀土合

金膜,沉积膜厚度为 $6\mu\text{m}$,物理气相沉积处理工艺为溅射;

[0035] ④将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理,二级晶界热处理工艺具体为:一级热处理温度为 950°C ,一级热处理时间为 2 小时;二级热处理温度为 400°C ,一级热处理时间为 4 小时。

[0036] 本实施例中,烧结钕铁硼磁体通过铸片、氢碎、气流磨、成型和烧结等工艺制备而成。重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Dy, Tm 为过渡族元素或 Al、Ga 中的一种或多种的组合, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 100, y 为 0。

[0037] 选取本实施例的方法中的步骤②得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为参考样本,选取本实施例的方法中的步骤④后得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为测试样本,对参考样本和测试样本的磁性能进行测试,测试数据如下表 2 所示:

[0038] 表 2:实施例二测试数据表

[0039]

样本	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	最大磁能积 (MGsOe)	Hk/Hcj
参考样本	13.98	12.19	46.8	0.964
测试样本	13.90	18.15	46.2	0.960

[0040] 分析表 2 可知:采用本实施例的方法处理得到的烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本没有变化,矫顽力得到了较明显的提高。

[0041] 对本实施例得到的烧结钕铁硼薄片磁体进行测试:图 1 (a) 为烧结钕铁硼薄片磁体在溅射 Dy 晶界热扩散后的电镜图一,能谱 1 表示晶界上取的点,图 1 (b) 为图 1 (a) 中的晶界上取的点所在的晶界处元素分布情况;图 2 (a) 为烧结钕铁硼薄片磁体在溅射 Dy 晶界热扩散后电镜图二,能谱 2 表示晶粒上取的点,图 2 (b) 为图 2 (a) 中的晶粒上取的点所在的晶界处元素分布情况。分析图 1 (a)、图 1 (b)、图 2 (a) 和图 2 (b) SEM 元素分布,我们可以知道物理气相沉积镀上的重稀土金属 Dy 元素膜主要分布在晶界处,部分进入主相晶粒外延层,晶粒中 Dy 元素含量小于晶界处 Dy 元素含量,由此可知本实施例的方法可以降低重稀土元素的使用量,节省重稀土元素,降低成本。

[0042] 实施例三:一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,包括以下步骤:

[0043] ①将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体,烧结钕铁硼薄片磁体的大小(长度×宽度×厚度)为 $40\text{mm}\times 20\text{mm}\times 10\text{mm}$,烧结钕铁硼磁体的各组分及其含量分别为:28.9% (质量百分比)的 Nd、1.1% (质量百分比)的 Tb、69% (质量百分比)的 Fe、余量为 B;

[0044] ②对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理;

[0045] ③对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理,其中沉积膜为重稀土合金膜,沉积膜厚度为 $10\mu\text{m}$,物理气相沉积处理工艺为磁控溅射;

[0046] ④将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理,二级晶界热处理工艺具体为:一级热处理温度为 900°C ,一级热处理时间为 5 小时;二级热处理温度为 550°C ,一级热处理时间为 4.5 小时。

[0047] 本实施例中,烧结钕铁硼磁体通过铸片、氢碎、气流磨、成型和烧结等工艺制备而

成。重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Tb, Tm 为过渡族元素或 Al、Ga 中的一种或多种的组合, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 80, y 为 20。

[0048] 选取本实施例的方法中的步骤②得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为参考样本,选取本实施例的方法中的步骤④后得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为测试样本,对参考样本和测试样本的磁性能进行测试,测试数据如下表 3 所示:

[0049] 表 3: 实施例三测试数据表

[0050]

样本	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	最大磁能积 (MGsOe)	Hk/Hcj
参考样本	12.63	17.06	38.9	0.980
测试样本	12.61	21.77	38.7	0.973

[0051] 分析表 3 可知:采用本实施例的方法处理得到的烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本没有变化,矫顽力得到了较明显的提高。

[0052] 实施例四:一种提高烧结钕铁硼薄片磁体性能的方法,包括以下步骤:

[0053] ①将烧结钕铁硼磁体加工成烧结钕铁硼薄片磁体,烧结钕铁硼薄片磁体的大小(长度×宽度×厚度)为 30mm×20mm×2mm,烧结钕铁硼磁体的各组分及其含量分别为:28.5% (质量百分比)的 Nd、0.9% (质量百分比)的 Dy、69.6% (质量百分比)的 Fe、余量为 B;

[0054] ②对烧结钕铁硼薄片磁体进行去污、去油、去磁粉和表面预处理;

[0055] ③对烧结钕铁硼薄片磁体的表面进行物理气相沉积处理,其中沉积膜为重稀土合金膜,沉积膜厚度为 3 μm,物理气相沉积处理工艺为磁控溅射;

[0056] ④将经过物理气相沉积处理的烧结钕铁硼薄片磁体进行二级晶界热处理,二级晶界热处理工艺具体为:一级热处理温度为 950℃,一级热处理时间为 2 小时;二级热处理温度为 400℃,一级热处理时间为 4 小时。

[0057] 本实施例中,烧结钕铁硼磁体通过铸片、氢碎、气流磨、成型和烧结等工艺制备而成。重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Tb, Tm 为 Al 元素, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 78, y 为 22。

[0058] 实施例五:本实施例与实施例四基本相同,区别仅在于本实施例中重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Dy, Tm 为 Ag 元素, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 71, y 为 29。

[0059] 实施例六:本实施例与实施例四基本相同,区别仅在于本实施例中重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Dy, Tm 为 Fe 元素, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 70, y 为 30。

[0060] 实施例七:本实施例与实施例四基本相同,区别仅在于本实施例中重稀土合金膜为重稀土合金 R_xTm_y 膜,其中 R 为重稀土元素 Dy, Tm 为 Ga 元素, x 和 y 表示重量百分比含量, x 为 80, y 为 20。

[0061] 对实施例四~实施例七的方法中步骤②得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为参考样

本, 实施例四~实施例七的方法中的步骤④后得到的烧结钕铁硼薄片磁体作为测试样本, 对参考样本和测试样本的磁性能进行测试, 测试数据如下表 4 所示:

[0062] 表 4: 实施例四~实施例七测试数据表

[0063]

样本	膜厚度 (μm)	剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	最大磁能积 (MGsOe)	Hk/Hcj
参考样本	0	13.82	13.21	46.5	0.968
实施例四测试样本	3.02	13.79	16.03	46.2	0.966
实施例五测试样本	3.00	13.73	15.39	45.5	0.953
实施例六测试样本	3.08	13.80	16.44	46.2	0.968
实施例七测试样本	3.05	13.73	16.52	45.7	0.962

[0064] 分析表 4 可知: 采用实施例四~实施例七的方法处理得到的烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本没有变化, 矫顽力得到了较明显的提高。

[0065] 综上所述, 采用本发明的方法处理后的, 烧结钕铁硼薄片磁体中的的重稀土金属膜主要分布在晶界处, 部分进入主相晶粒外延层, 晶粒中重稀土金属膜中的重稀土元素含量小于晶界处重稀土金属膜中的重稀土元素的含量。本发明的方法在重稀土用量上远远低于现有的处理方法, 在保证烧结钕铁硼薄片磁体的剩磁和最大磁能积基本不下降的基础上, 提高了烧结钕铁硼薄片磁体的矫顽力, 并且工艺一致性能好, 适合于大批量生产烧结钕铁硼薄片磁体。

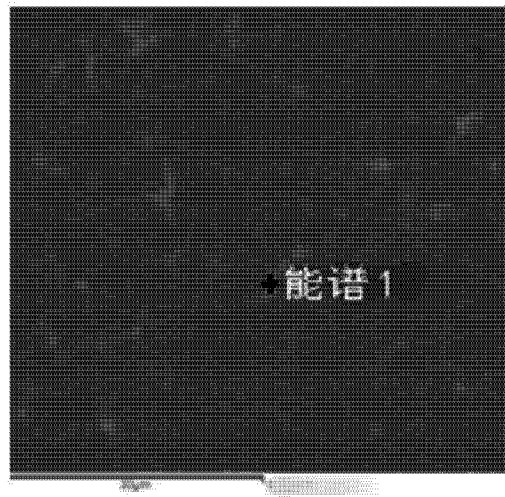


图 1 (a)

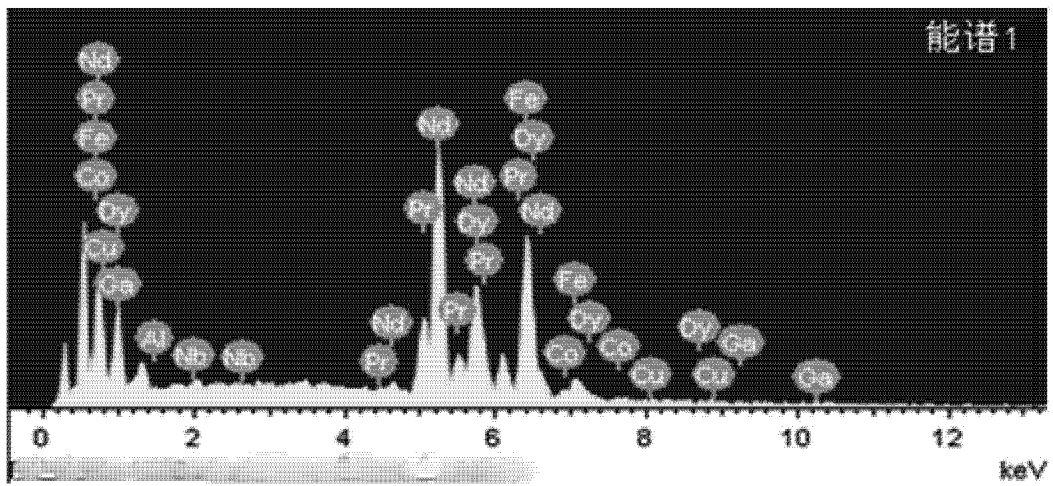


图 1 (b)

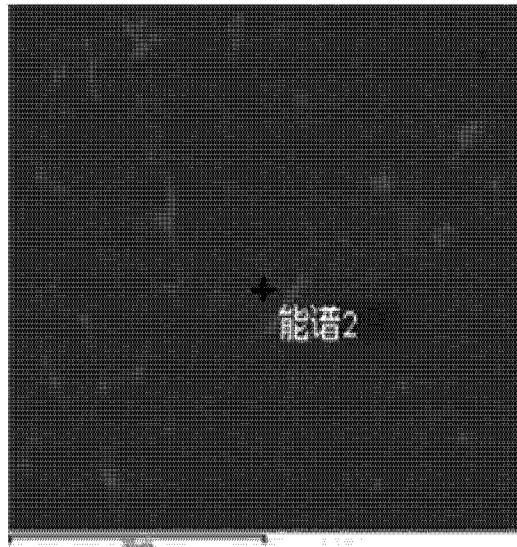


图 2 (a)

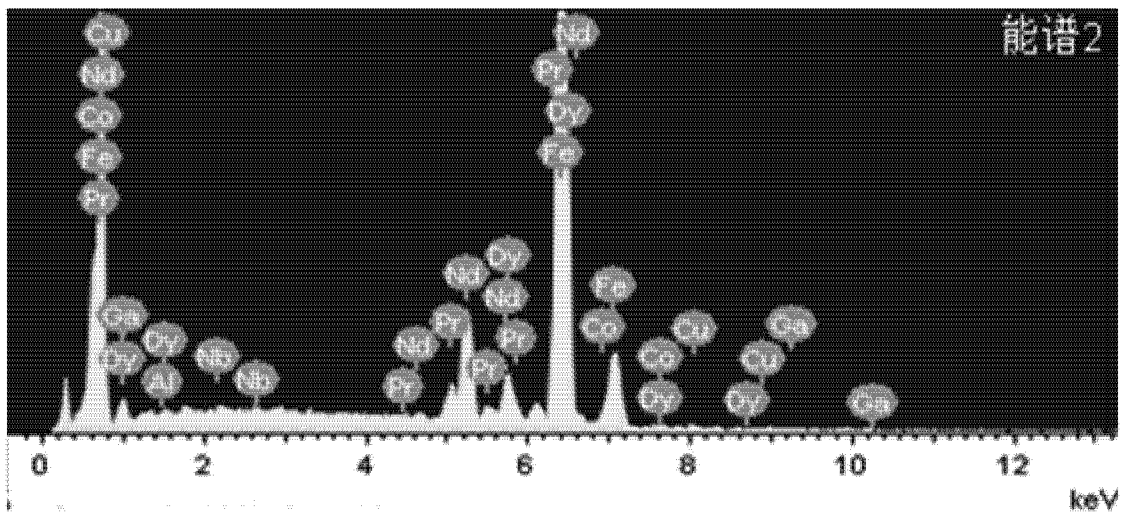


图 2 (b)