



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111341513 B

(45) 授权公告日 2021.08.31

(21) 申请号 202010204389.7

CN 110335733 A, 2019.10.15

(22) 申请日 2020.03.21

CN 106601405 A, 2017.04.26

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 106601405 A, 2017.04.26

申请公布号 CN 111341513 A

CN 110415908 A, 2019.11.05

(43) 申请公布日 2020.06.26

审查员 万琦萍

(73) 专利权人 余姚市宏伟磁材科技有限公司

地址 315400 浙江省宁波市余姚市梨洲街
道竹山村芦棚2号

(72) 发明人 周建军 葛海军 朱小波 褚文表

(51) Int. Cl.

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 41/02 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 109732046 A, 2019.05.10

CN 109732046 A, 2019.05.10

权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种高性能的钕铁硼磁体及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及钕铁硼技术领域,尤其是涉及一种高性能的钕铁硼磁体及其制备方法。所述钕铁硼磁体包括主料、辅料和复合料,所述辅料由Cu、Al、Zr和Nb组成,按重量百分含量计,Cu 0.12%-0.18%、Al 1.10%-1.45%、Zr 0.05%-0.09%、Nb 0.18-0.23%;所述复合料由Dy、Ga和Gd组成,按重量百分含量计,Dy 0.03%-0.07%、Ga 0.15%-0.21%、Gd 0.06%-0.11%;余量为主料。本申请的钕铁硼磁体通过初熔炼和再熔炼分两次对主料、辅料和复合料进行熔炼,随后将熔炼完成制成的甩带片依次进行氢破、压型和烧结处理,整个工艺简单、操作方便,便于钕铁硼磁体的批量生产。其制得的钕铁硼磁体兼具高剩磁量和高矫顽力的优点,具有更为优异的市场应用价值。



1. 一种高性能的钕铁硼磁体,包括主料、辅料和复合料,其特征在于,所述辅料由 Cu、Al、Zr 和 Nb 组成,按重量百分含量计,Cu 0.12%-0.18%、Al 1.10%-1.45%、Zr 0.05%-0.09%、Nb 0.18-0.23%,且所述 Zr 和 Nb 在该比例下形成含 Nb、Zr 元素的合金化富稀土相;所述复合料由 Dy、Ga 和 Gd 组成,按重量百分含量计,Dy 0.03%-0.07%、Ga 0.15%-0.21%、Gd 0.06%-0.11%,且所述 Zr、Nb、Dy 的重量比为(6-7):(20-22):(4-5);余量为主料,而所述主料由 Nd 或 PrNd、Fe、B 和 Co 组成, Nd 或 PrNd 在主料中的重量百分含量为 32.50%-35.70%,B 在主料中的重量百分含量为 1.10%-1.23%;Co 在主料中的重量百分含量为 1.20%-1.45%,余量为 Fe,且所述 Fe 和 Nb 在该比例下形成圆形或块状的 NbFe 化合物新相;其制备步骤包括:将主料、辅料和复合料按规定重量百分比加入到真空气氛烧结炉中进行熔炼。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高性能的钕铁硼磁体,其特征在于,所述 Zr、Nb、Dy 的重量比为 6:20:5。

3. 根据权利要求 1 所述的一种高性能的钕铁硼磁体,其特征在于,所述 PrNd 中, Pr 与 Nd 的重量比为(22-24):(76-78)。

4. 根据权利要求 3 所述的一种高性能的钕铁硼磁体,其特征在于,所述 PrNd 中, Pr 与 Nd 的重量比为 24:76。

5. 权利要求 1 至 4 中任何一项所述的一种高性能的钕铁硼磁体的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

①、初熔炼:将主料、辅料和复合料按规定重量百分比加入到真空气氛烧结炉中,同时通入氮气进行保压,升温至 1510-1540℃,熔炼 1-1.5h,降温至 800-820℃保温 20-30min,得到初熔料;

②、再熔炼:将初融料在氮气的保护下,升温至 1610-1650℃,继续熔炼 0.5-1.0h,随后将熔融液制成甩带片;

③、氢破:将甩带片先用氢气破碎,再在气流磨中制成微粉;

④、压型:将微粉于氮气保护下进行混合,待微粉分散均匀后压制成型,得到钕铁硼毛坯;

⑤、烧结:将钕铁硼毛坯进行烧结,再在表面涂布抗氧漆,得到最终的钕铁硼磁体。

6. 根据权利要求 5 所述的一种高性能的钕铁硼磁体的制备方法,其特征在于,步骤①中,升温速度为 30-40℃/min,降温速度为 120-150℃/min;步骤②中,升温速度为 30-40℃/min。

7. 根据权利要求 5 所述的一种高性能的钕铁硼磁体的制备方法,其特征在于,步骤③中,

微粉的目数为 1000-1200 目。

8. 根据权利要求 5 所述的一种高性能的钕铁硼磁体的制备方法,其特征在于,步骤⑤中,烧结条件为:钕铁硼毛坯以 10℃/min 的升温速度加热至 1000℃-1100℃,保温 3-4h,以 50℃/min 的降温速度冷却至 650℃-680℃,保温 1-2h,以 8℃/min 的降温速度冷却至室温。

一种高磁性能的钕铁硼磁体及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及钕铁硼技术领域,尤其是涉及一种高磁性能的钕铁硼磁体及其制备方法。

背景技术

[0002] 烧结钕铁硼磁体是当代磁性最强的永磁体,其具有高磁能积、高性价比等优异特性,现已应用于航空、航天、微波通讯技术、电子、电声、机电等领域中,但是随着永磁体应用范围的不断扩大,人们对其的需求也随之增大,对永磁体的磁性能也提出了更高的挑战。

[0003] 现有的钕铁硼磁体一般包括主料、辅料和复合料,所述主料由PrNd或Nd、Fe、B和Co构成;辅料包括Cu、Al等物质;复合料为一般使用重稀土金属,如在钕铁硼材料中添加2%~3%左右的Dy,可有效提高其矫顽力。

[0004] 然而,上述钕铁硼磁体在提高矫顽力的同时,其剩磁量则会发生下降,进而影响钕铁硼磁体的磁性能。为此,研发一种兼具高剩磁量和高矫顽力的钕铁硼磁体,是目前急需解决的技术难题。

发明内容

[0005] 针对现有技术存在的不足,本发明的目的之一是提供一种高磁性能的钕铁硼磁体,其兼具高剩磁量和高矫顽力的优点。

[0006] 本发明的目的之二是提供一种高磁性能的钕铁硼磁体的制备方法,其具有工序简单、操作方便、便于批量生产的优点。

[0007] 本发明的上述发明目的一是通过以下技术方案得以实现的:

[0008] 一种高磁性能的钕铁硼磁体,包括主料、辅料和复合料,所述辅料由Cu、Al、Zr和Nb组成,按重量百分含量计,Cu 0.12%-0.18%、Al 1.10%-1.45%、Zr 0.05%-0.09%、Nb 0.18-0.23%;所述复合料由Dy、Ga和Gd组成,按重量百分含量计,Dy 0.03%-0.07%、Ga 0.15%-0.21%、Gd 0.06%-0.11%;余量为主料。

[0009] 通过采用上述技术方案,本发明中,Cu和Al的熔点低,能在晶间与富稀土相反应形成新相,通过改善对主相的浸润性和增加磁隔离来提高钕铁硼磁体的剩磁量和矫顽力。与此同时,Zr和Nb按上述重量同时添加时,不但能形成含Nb、Zr元素的合金化富稀土相,还能形成圆形或块状的NbFe化合物新相,使得钕铁硼磁体的矫顽力进一步提高。同时,Zr元素的加入,能提高重稀土层的耐磨性能、抗氧化性和耐腐蚀性,其还可以与B发生反应,生成ZrB增强相,从而在提高稀土层结构强度的同时,提高了重稀土层与磁材本体的结合强度。

[0010] 由此,本发明将Nb、Zr元素同Al、Cu元素一起富集于主料中,能够使其合金化,有效减小了钕铁硼晶粒的长大速度和反磁化畴形核的可能,同时能够更好的实现磁隔离,使得钕铁硼材料具有较高的剩磁量和矫顽力。

[0011] 复合料中,Dy元素扩散进入主相晶粒表层区域,部分取代其中的Nd元素,形成(Nd,Dy)FeB金属间化合物,提高晶粒表面结构缺陷区域的磁晶各向异性常数,是主相晶粒外延

层产生磁硬化,从而显著提高磁体内禀矫顽力。另外,Dy的含量较低,其对钕铁硼矫顽力的提高效果较为明显,但存在一定的环境污染性,本申请中在保证高矫顽力的情况下尽可能低的减少Dy的用量。

[0012] Ga为低熔点的重稀土元素,其能与Cu和Al一起发生协同作用,细化主相晶粒,减少晶粒的表面缺陷而提高钕铁硼磁体的矫顽力。Gd柔软且具有良好的延展性,本申请中Gd能在一定程度上提高钕铁硼磁体的加工性能。此外,Gd还能与Fe元素形成GdFe化合物新相,能够进一步一高钕铁硼磁体的剩磁量。

[0013] 综上,本申请按照上述组分配比制得的钕铁硼磁体兼具高剩磁量和高矫顽力的优点,具有更为优异的市场应用价值。

[0014] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:所述Zr、Nb、Dy的重量比为(6-7):(20-22):(4-5)。

[0015] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:所述Zr、Nb、Dy的重量比为6:20:5。

[0016] 通过采用上述技术方案,经过实验验证,按照上述重量比配制辅料时,其制得的钕铁硼磁体的矫顽力优于其他配比,且当Zr、Nb、Dy的重量比为6:20:5时,该钕铁硼磁体在保证高剩磁量的同时,其矫顽力能够明显提高,因此将其作为优选。

[0017] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:所述主料由Nd或PrNd、Fe、B和Co组成,且Nd或PrNd在主料中的重量百分含量为32.50%-35.70%,B在主料中的重量百分含量为1.10%-1.23%,Co在主料中的重量百分含量为1.20%-1.45%,余量为Fe。

[0018] 通过采用上述技术方案,Nd或PrNd、Fe、B为钕铁硼的三种主要元素,Co元素能够有效改善钕铁硼的居里温度,在上述重量百分含量和重量比的条件下,其制得的钕铁硼材料满足钕铁硼的性能指标。

[0019] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:所述PrNd中,Pr与Nd的重量比为(22-24):(76-78)。

[0020] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:所述PrNd中,Pr与Nd的重量比为24:76。

[0021] 通过采用上述技术方案,本申请使用PrNd作为主料之一时,Pr与Nd的重量比按照上述配比制备的钕铁硼磁体具有更高的剩磁量,因此将其作为优选。

[0022] 本发明的上述发明目的是通过以下技术方案得以实现的:

[0023] 一种高磁性能的钕铁硼磁体的制备方法,包括以下步骤:

[0024] ①、初熔炼:将主料、辅料和复合料按规定重量百分比加入到真空气氛烧结炉中,同时通入氮气进行保压,升温至1510-1540℃,熔炼1-1.5h,降温至800-820℃保温20-30min,得到初熔料;

[0025] ②、再熔炼:将初融料在氮气的保护下,升温至1610-1650℃,继续熔炼0.5-1.0h,随后将熔融液制成甩带片;

[0026] ③、氢破:将甩带片先用氢气破碎,再在气流磨中制成微粉;

[0027] ④、压型:将微粉于氮气保护下进行混合,待微粉分散均匀后压制成型,得到钕铁硼毛坯;

[0028] ⑤、烧结:将钕铁硼毛坯进行烧结,再在表面涂布抗氧漆,得到最终的钕铁硼磁体。

[0029] 通过采用上述技术方案,本申请通过初熔炼和再熔炼,分两次对主料、辅料和复合

料进行熔炼,以此增加各组分的熔融效果,其对应制得的钕铁硼磁体具有更为更高的剩磁量和矫顽力。随后将熔炼完成制成的甩带片依次进行氢破、压型和烧结处理,整个工艺简单、操作方便,便于钕铁硼磁体的批量生产,提高钕铁硼磁体的生产效益。

[0030] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:步骤①中,升温速度为30-40°C/min,降温速度为120-150°C/min;步骤②中,升温速度为30-40°C/min。

[0031] 通过采用上述技术方案,各组分的温度缓慢上升,便于组分的熔炼更为彻底;在降温时,120-150°C/min的速度能缩短组分降温的时间,减少钕铁硼磁体的应力集中,随后再缓慢升温,其制得的钕铁硼磁体具有更为优异的矫顽力,因此将其作为优选。

[0032] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:步骤③中,微粉的目数为1000-1200目。

[0033] 通过采用上述技术方案,微粉的目数过大则容易发生扬尘,且在压型过程中容易发生开裂;若微粉的目数过小,则其在压型过程中容易产生较大的孔隙,影响钕铁硼磁体的压型效果,因此将1000-1200目作为优选。

[0034] 本发明在一较佳示例中可以进一步配置为:步骤⑤中,烧结条件为:钕铁硼毛坯以10°C/min的升温速度加热至1000°C-1100°C,保温3-4h,以50°C/min的降温速度冷却至650°C-680°C,保温1-2h,以8°C/min的降温速度冷却至室温。

[0035] 通过采用上述技术方案,压制成型的钕铁硼毛坯以10°C/min的升温速度快速升温至1000°C-1100°C并保温3-4h,使得钕铁硼粗料中的杂质有效去除。随后以50°C/min的降温速度冷却至650°C-680°C,保温1-2h后再以8°C/min的降温速度冷却至室温,有助于消除钕铁硼材料中的内应力,以提高其钕铁硼材料的强度和韧性。以此制得的钕铁硼材料具有良好的矫顽力、强度和韧性。

[0036] 综上所述,本发明包括以下至少一种有益技术效果:

[0037] 1. 本申请通过添加由Cu、Al、Zr和Nb组成的辅料以及由Dy、Ga和Gd组成的复合料,使得其制得的钕铁硼磁体兼具高剩磁量和高矫顽力的优点,具有更为优异的市场应用价值;

[0038] 2. 本申请中Zr、Nb、Dy按设定重量比配比时,其制得的钕铁硼磁体具有更为优异的剩磁量和矫顽力;

[0039] 3. 本申请的钕铁硼磁体通过初熔炼和再熔炼分两次对主料、辅料和复合料进行熔炼,随后将熔炼完成制成的甩带片依次进行氢破、压型和烧结处理,整个工艺简单、操作方便,便于钕铁硼磁体的批量生产,提高钕铁硼磁体的生产效益。

附图说明

[0040] 图1是制备高磁性能的钕铁硼磁体的工艺流程图。

具体实施方式

[0041] 以下结合附图对本发明作进一步详细说明。

[0042] 1、实施例

[0043] 1.1、实施例1

[0044] 一种高磁性能的钕铁硼磁体,包括主料、辅料和复合料,所述辅料由Cu、Al、Zr和Nb

组成,按重量百分含量计,Cu 0.12%、Al 1.10%、Zr 0.05%、Nb 0.18%;所述复合料由Dy、Ga和Gd组成,按重量百分含量计,Dy 0.07%、Ga 0.15%、Gd 0.06%;余量为主料。

[0045] 其中,主料为由Nd、Fe、B和Co组成,且Nd在主料中的重量百分含量为32.50%,B在主料中的重量百分含量为1.10%,Co在主料中的重量百分含量为1.45%,余量为Fe。

[0046] 上述高磁性能的钕铁硼磁体的制备方法,参见图1,包括以下步骤:

[0047] ①、初熔炼:将主料、辅料和复合料按规定重量百分比加入到真空气氛烧结炉中,同时通入氮气进行保压,以35°C/min升温至1520°C,熔炼1.2h,再以140°C/min降温至800°C保温25min,得到初熔料;

[0048] ②、再熔炼:将初融料在氮气的保护下,以35°C/min升温至1630°C,继续熔炼0.8h,随后将熔融液制成甩带片;

[0049] ③、氢破:将甩带片先用氢气破碎,再在气流磨中制成微粉,其中氢破处理的条件为:在0.8MPa的氢气压力下保持1h,微粉的目数为1100目;

[0050] ④、压型:将微粉于氮气保护下进行混合,待微粉分散均匀后压制成型,得到钕铁硼毛坯;

[0051] ⑤、烧结:将钕铁硼毛坯进行烧结,烧结条件为:钕铁硼毛坯以10°C/min的升温速度加热至1100°C,保温3h,以50°C/min的降温速度冷却至660°C,保温1.5h,以8°C/min的降温速度冷却至室温;再在表面涂布抗氧漆,得到最终的钕铁硼磁体。

[0052] 1.2、实施例2-4

[0053] 实施例2-4均在实施例1的方法基础上,对辅料和复合料的组分参数以及制备参数加以调整,以重量百分含量计,具体调整情况参见下表一。

[0054] 表一实施例1-5的参数表

[0055]

元素	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4
Cu	0.12	0.15	0.16	0.18
Al	1.10	1.40	1.25	1.45
Zr	0.05	0.06	0.08	0.09
Nb	0.18	0.20	0.23	0.20
Dy	0.07	0.03	0.05	0.06
Ga	0.15	0.19	0.17	0.21
Gd	0.06	0.11	0.08	0.07
主料	98.27	97.86	97.98	97.74
初熔炼升温速度,°C/min	35	30	40	40
初熔炼温度,°C	1520	1510	1540	1530
初熔炼时间,h	1.2	1.5	1.0	1.1
初熔炼降温速度,°C/min	140	120	150	130
初熔炼降温温度,°C	800	820	810	810
初熔炼保温时间,min	25	20	30	25
再熔炼升温速度,°C/min	35	40	30	35
再熔炼温度,°C	1630	1610	1620	1650
再熔炼时间,h	0.8	1.0	0.8	0.5

微粉目数,目	1100	1000	1200	1100
烧结温度,℃	1100	1050	1000	1020
烧结时间,h	3	3	4	305
烧结降温温度,℃	660	650	680	650
烧结保温时间,h	1.5	1	2	2

[0056] 1.3、实施例5-8

[0057] 实施例5-8均在实施例1的方法基础上,对主料的组分参数加以调整,以重量百分含量计,具体调整情况参见下表二。

[0058] 表二实施例1、5-7的主料参数表

元素	实施例1	实施例5	实施例6	实施例7	实施例8
Nd	32.500	27.132	26.364	26.642	26.775
Pr	/	8.568	7.436	7.958	8.925
B	1.10	1.20	1.23	1.15	1.20
Co	1.45	1.30	1.20	1.35	1.30
Fe	64.95	61.80	63.77	62.90	61.80

[0060] 1.4、实施例9-11

[0061] 实施例9-11均在实施例1的方法基础上,对Zr、Nb、Dy的重量比加以调整。其中,以重量百分含量计,实施例9中Zr为0.06%、Nb为0.20%、Dy为0.05%、主料即为98.26%;实施例10中,Zr为0.07%、Nb为0.22%、Dy为0.04%、主料即为98.24%;实施例11中,Zr为0.06%、Nb为0.21%、Dy为0.04%、主料即为98.26%。

[0062] 1.5、实施例12

[0063] 实施例12在实施例1的方法基础上,直接将主料、辅料和复合料按规定重量百分比加入到真空气氛烧结炉中,同时通入氮气进行保压,以35℃/min升温至1630℃,熔炼2h,再以140℃/min降温至800℃保温25min,随后将熔融液制成甩带片。下游工序按实施例1的方法继续操作。

[0064] 2、对比例

[0065] 2.1、对比例1

[0066] 对比例1在实施例1的方法基础上,未添加Zr和Nb。

[0067] 2.2、对比例2

[0068] 对比例2在实施例1的方法基础上,未添加Dy。

[0069] 2.3、对比例3

[0070] 对比例3在实施例1的方法基础上,未添加Gd。

[0071] 3、性能检测

[0072] 将上述实施例1-12以及对比例1-3制得的钕铁硼磁体进行矫顽力性能测试以及物理性能测试,其中矫顽力性能测试采用永磁特性自动测量仪AMT-4,按GB/T 3217的标准在20℃的温度下进行,物料性能测试结果均符合GB/T 13560的标准,检测结果参见下表三。

[0073] 表三实施例1-12以及对比例1-3的性能测试结果

	剩磁 Br/KGs	矫顽力 Hcb/kA/m	内禀矫顽力 Hcj/ kA/m	最大磁能积 (BH) _{max} / kJ/m ³
实施例 1	1.41	980	1374	358
实施例 2	1.42	975	1380	352
实施例 3	1.41	970	1352	350
实施例 4	1.42	968	1383	353
实施例 5	1.38	980	1422	321
实施例 6	1.33	1007	1438	327
[0074] 实施例 7	1.34	992	1435	328
实施例 8	1.29	1020	1510	311
实施例 9	1.42	1103	1573	389
实施例 10	1.41	1070	1424	371
实施例 11	1.41	1020	1412	360
实施例 12	1.30	922	1280	330
对比例 1	1.25	912	891	288
对比例 2	1.32	823	887	291
对比例 3	1.21	990	1013	301

[0075] 参见上表三,根据实施例1-4的检测结果可以看出,按照本申请的配方工艺,能够制得兼具高剩磁量和高矫顽力的钕铁硼磁体。将实施例1与对比例1-3的检测结果进行比较,可以得到,本申请通过添加由Cu、Al、Zr和Nb组成的辅料以及由Dy、Ga和Gd组成的复合料,使得制得的钕铁硼磁体具有更为优异的剩磁量和高矫顽力,以此具有更为优异的市场应用价值。

[0076] 将实施例1与实施例5-8的检测结果进行比较,可以得到,本申请使用PrNd作为主料之一时,Pr与Nd的重量比按照(22-24):(76-78),进一步安装24:76时,其制得的钕铁硼磁体具有更高的剩磁量,因此将其作为优选。

[0077] 将实施例1与实施例9-11的检测结果进行比较,可以得到,当Zr、Nb、Dy的重量比为(6-7):(20-22):(4-5)时,其制得的钕铁硼磁体的矫顽力优于其他配比。进一步的,当Zr、Nb、Dy的重量比为6:20:5时,该钕铁硼磁体在保证高剩磁量的同时,其矫顽力能够明显提高,因此将其作为优选。

[0078] 将实施例1与实施例12的检测结果进行比较,可以得到,本申请通过初熔炼和再熔炼,分两次对主料、辅料和复合料进行熔炼,以此增加各组分的熔融效果,其对应制得的钕铁硼磁体具有更为更高的剩磁量和矫顽力。

[0079] 本具体实施方式的实施例均为本发明的较佳实施例,并非依此限制本发明的保护范围,故:凡依本发明的结构、形状、原理所做的等效变化,均应涵盖于本发明的保护范围之内。

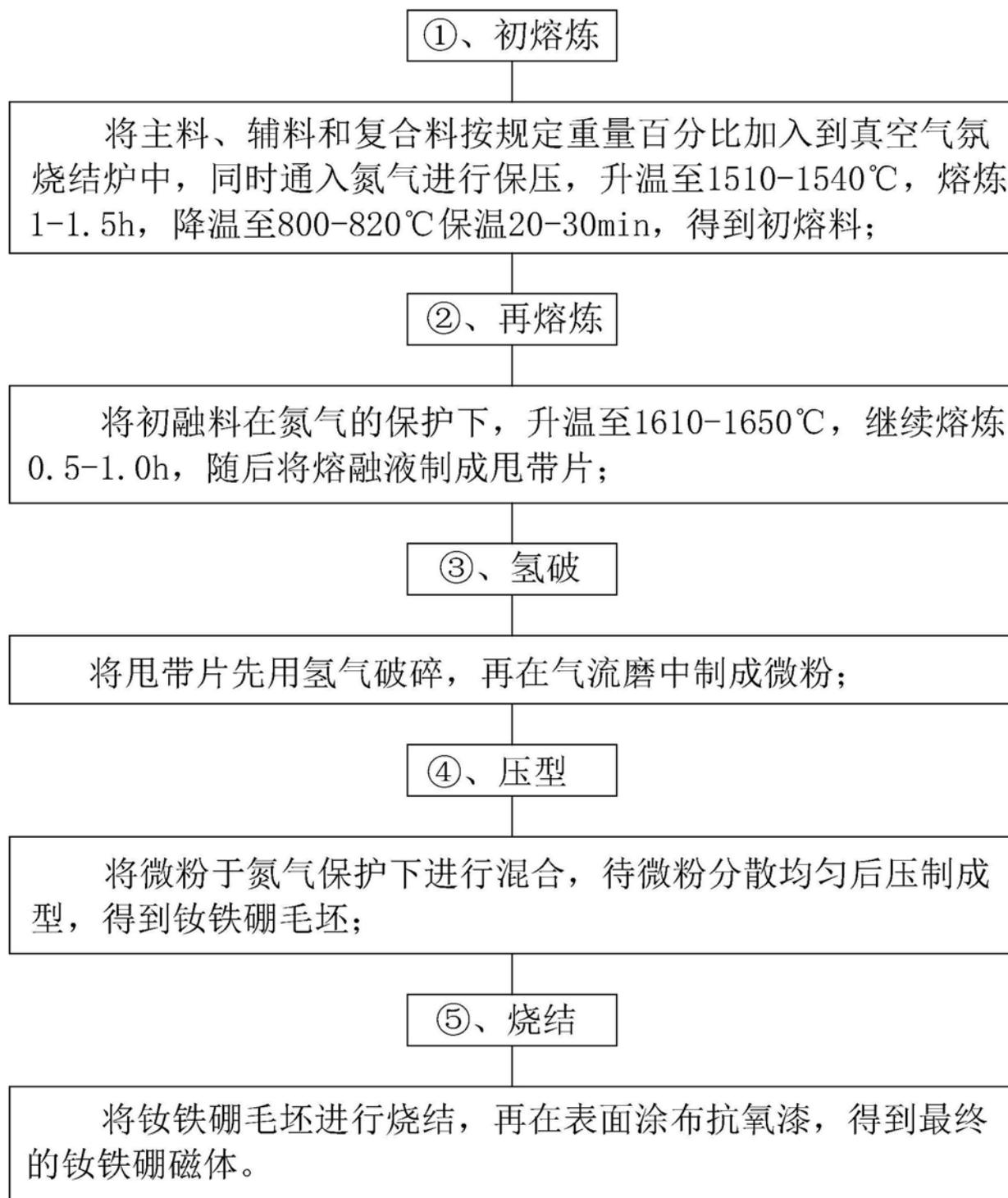


图1