



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102041496 A

(43) 申请公布日 2011. 05. 04

(21) 申请号 200910235742. 1

(22) 申请日 2009. 10. 13

(71) 申请人 北京中科三环高技术股份有限公司

地址 100190 北京市海淀区中关村东路 66
号甲 1 号长城大厦 27 层

申请人 天津三环乐喜新材料有限公司

(72) 发明人 白晓刚

(74) 专利代理机构 北京乾诚五洲知识产权代理
有限责任公司 11042

代理人 付晓青 杨玉荣

(51) Int. Cl.

C23C 22/34 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法

(57) 摘要

本发明涉及一种永磁材料的无铬钝化剂及其无铬钝化方法。所述无铬钝化剂包括主成膜剂、成膜助剂和表面活性剂；其中，所述主成膜剂为植酸、硅酸钠和硫酸铝，所述成膜助剂为氟化铵或氟化氢铵，所述表面活性剂为壬基酚聚氧乙烯醚或十二烷基苯磺酸钠。本发明利用化学转化膜技术代替六价铬钝化，本发明具有钝化时间短，环保，耐蚀性高等优点。

1. 一种永磁材料的无铬钝化剂,其特征在于,所述无铬钝化剂包括主成膜剂、成膜助剂和表面活性剂;其中,所述主成膜剂为植酸、硅酸钠和硫酸铝,所述成膜助剂为氟化铵或氟化氢铵,所述表面活性剂为壬基酚聚氧乙烯醚或十二烷基苯磺酸钠。

2. 根据权利要求1所述的无铬钝化剂,其特征在于,所述无铬钝化剂中,所述主成膜剂含量为植酸15~25克/升,硅酸钠30~40克/升,硫酸铝8~10克/升。

3. 根据权利要求1所述的无铬钝化剂,其特征在于,所述无铬钝化剂中,所述成膜助剂含量为2.5~5克/升。

4. 根据权利要求1所述的无铬钝化剂,其特征在于,所述无铬钝化剂中,所述表面活性剂含量为3~5克/升。

5. 根据权利要求1~4任一所述的无铬钝化剂,其特征在于,所述无铬钝化剂的pH为1.5~4.0。

6. 根据权利要求5所述的无铬钝化剂,其特征在于,所述无铬钝化剂的pH为3.0~4.0。

7. 根据权利要求1所述的无铬钝化剂,其特征在于,所述永磁材料为烧结钕铁硼永磁材料或粘结钕铁硼永磁材料。

8. 一种利用权利要求1~7任一所述的无铬钝化剂的永磁材料的无铬钝化方法,其特征在于,所述无铬钝化方法包括如下步骤:

(1) 使用常规方法对所述永磁材料进行除油;

(2) 5%硝酸酸洗、水洗所述永磁材料;

(3) 将步骤(2)处理后的永磁材料放入权利要求1~7任一所述的无铬钝化剂的水溶液中进行常温钝化;

(4) 将钝化后的钝化永磁材料过60~80℃热水,吹干。

9. 根据权利要求8所述的无铬钝化方法,其特征在于,步骤(3)中所述钝化的时间为15秒。

10. 根据权利要求8所述的无铬钝化方法,其特征在于,所述无铬钝化剂包括主成膜剂、成膜助剂和表面活性剂;其中,所述主成膜剂为植酸、硅酸钠和硫酸铝,所述成膜助剂为氟化铵或氟化氢铵,所述表面活性剂为壬基酚聚氧乙烯醚或十二烷基苯磺酸钠。

永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料的表面处理领域,尤其是涉及一种永磁材料的钝化技术,具体地说,本发明涉及一种用于永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法。

背景技术

[0002] 近年来钕铁硼(NdFeB)永磁材料的应用和发展十分迅速,而钕铁硼永磁材料的防护成功与否关系到材料能否推广应用的关键技术之一。该材料主要是由稀土金属钕Nd、铁和硼等元素通过粉末冶金工艺制备而成。作为目前最强的磁性材料,已经广泛应用于电镀器件、机械、医疗、汽车等诸领域,应用前景十分广阔。

[0003] 钕铁硼永磁材料应用的前提是首先要解决好钕铁硼永磁材料的防腐问题。作为一种粉末冶金工艺制备而成的多孔材料,因其中的富钕相,钕铁硼主相及边界相很容易形成晶间腐蚀。钕铁硼粉末合金中的稀土元素钕,性质活泼,使整个钕铁硼合金的耐蚀性能变得很差,在湿热的环境中极易生锈腐蚀,因腐蚀失效造成磁性能的下降或损坏,严重影响了钕铁硼永磁体的使用寿命,降低了产品的稳定性和可靠性。钕铁硼永磁材料的磁性能与其组织结构有很大的关系。钕铁硼永磁体的主相是磁体磁性能的主要来源。对矫顽力贡献最大的是富钕相。当钕铁硼永磁材料发生腐蚀以后材料的磁性能将发生巨大的变化。因此,钕铁硼永磁材料的防腐问题一直是钕铁硼永磁材料需要解决的主要问题。

[0004] 目前钕铁硼永磁材料的防腐方法有很多。其中有电镀镍(CN1928163、CN1928163)、电镀锌(CN1421547A、CN1056133A、CN1064374、CN101173354)、电镀多层镍、镀铜(CN1514889A),磷化、电泳漆等多种方法。在上述防腐处理后,经常使用钝化进行进一步处理以加强永磁材料的耐腐蚀性能。目前广泛使用的常规的钝化方法是用六价铬进行钝化,能形成致密、稳定、耐腐蚀的钝化膜,该钝化方法工艺简单、成本低、抗蚀性能好。但是六价铬毒性高,且易致癌,对人体和环境都有严重危害,现在已经在各国禁止使用。因此,寻求符合环保要求的钝化技术正成为当务之急。本发明是一种无铬钝化技术,具有成本低,控制简单,防腐性能优越等特点。

发明内容

[0005] 本发明的目的是克服现有技术的缺陷,提供一种永磁材料的表面处理方法,主要提供一种新的永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法。

[0006] 本发明涉及一种永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法,具环保,防腐性能佳等特点。溶液稳定,能长期使用。

[0007] 根据本发明的一方面,本发明提供了一种永磁材料的无铬钝化剂,所述无铬钝化剂包括主成膜剂、成膜助剂和表面活性剂;其中,所述主成膜剂为植酸、硅酸钠和硫酸铝,所述成膜助剂为氟化铵或氟化氢铵,所述表面活性剂为壬基酚聚氧乙烯醚(OP-10)或十二烷基苯磺酸钠。

[0008] 最好,所述无铬钝化剂中,所述主成膜剂含量为植酸15~25克/升,硅酸钠30~

40 克 / 升, 硫酸铝 8 ~ 10 克 / 升。

[0009] 最好, 所述无铬钝化剂中, 所述成膜助剂含量为 2.5 ~ 5 克 / 升。

[0010] 最好, 所述无铬钝化剂中, 所述表面活性剂含量为 3 ~ 5 克 / 升。

[0011] 优选地, 所述无铬钝化剂的 pH 为 1.5 ~ 4.0。

[0012] 最好, 所述无铬钝化剂的 pH 为 3.0 ~ 4.0。

[0013] 最好, 所述永磁材料为烧结钕铁硼永磁材料或粘结钕铁硼永磁材料。

[0014] 根据本发明的另一方面, 本发明提供了一种利用上述的无铬钝化剂的永磁材料的无铬钝化方法, 所述无铬钝化方法包括如下步骤:

[0015] (1) 使用常规方法对所述永磁材料进行除油;

[0016] (2) 5% 硝酸酸洗、水洗所述永磁材料;

[0017] (3) 将步骤 (2) 处理后的永磁材料放入所述的无铬钝化剂的水溶液中进行常温钝化;

[0018] (4) 将钝化后的钝化永磁材料过 60 ~ 80℃ 热水, 吹干。

[0019] 其中, 步骤 (3) 中所述钝化的时间为 15 秒。步骤 (4) 中将上述永磁材料过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒。

[0020] 与现有技术相比, 本发明提供的永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法具有以下有益效果: 本发明提供的用于永磁材料的无铬钝化剂及其钝化方法取代了目前广泛使用的有毒六价铬钝化方法, 实现了永磁材料无毒、无污染钝化的目标, 有利于环保; 另外, 采用本发明提供的无铬钝化方法对永磁材料进行处理后, 使永磁材料耐腐蚀性有了很大提高: 在盐雾耐腐实验中, 耐盐雾时间从 0.5 小时提高到了 2 ~ 4 小时, 同时, 在湿热耐腐实验中其耐湿热时间从 1 小时提高到了 5 小时。因此, 本发明具有广阔的应用前景和良好的社会效益。

具体实施方式

[0021] 以下将结合实施例对本发明做进一步说明, 本发明的实施例仅用于说明本发明的技术方案, 并非限定本发明。

[0022] 实施例 1

[0023] 分别称取植酸 15 克, 硅酸钠 40 克, 硫酸铝 10 克, 氟化铵 2.5 克, OP-10 3 克, 溶于 1 升水中, pH 为 3, 常温使用。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品经过常规除油, 5% 硝酸酸洗, 水洗, 钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒, 吹干。

[0024] 实施例 2

[0025] 分别称取植酸 25 克, 硅酸钠 30 克, 硫酸铝 8 克, 氟化氢铵 5 克, OP-105 克, 溶于 1 升水中, pH 为 4, 常温使用。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗, 钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。

[0026] 实施例 3

[0027] 分别称取植酸 20 克, 硅酸钠 33 克, 硫酸铝 8.7 克, 氟化铵 5 克, OP-10 3 克, 溶于 1 升水中, pH 为 3.5, 常温使用。将粘结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗, 钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。

[0028] 实施例 4

[0029] 分别称取植酸 20 克, 硅酸钠 35 克, 硫酸铝 9 克, 氟化氢铵 4.5 克, OP-10 5 克, 溶

于 1 升水中, pH 为 3.0, 常温使用。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗, 钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。

[0030] 实施例 5

[0031] 分别称取植酸 22 克, 硅酸钠 33 克, 硫酸铝 8.6 克, 氟化铵 4.2 克, 十二烷基苯磺酸钠 5 克, 溶于 1 升水中, pH 为 3.5, 常温使用。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗, 钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。

[0032] 实施例 6

[0033] 分别称取植酸 19 克, 硅酸钠 39 克, 硫酸铝 9 克, 氟化氢铵 4.6 克, 十二烷基苯磺酸钠 3.5 克, 溶于 1 升水中, pH 为 1.5, 常温使用。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗, 钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。

[0034] 对比实施例 1

[0035] 分别称取铬酐 30 克, OP-10 3 克, 溶于 1 升水中, 常温。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗钝化 15 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。

[0036] 由表 1 和实施例可以看出, 相对于六价铬蓝白钝化, 本发明具有环保、优越的防腐性能。

[0037] 对比实施例 2

[0038] 分别称取植酸 22 克, 硅酸钠 33 克, 硫酸铝 8.6 克, 氟化铵 4.2 克, 十二烷基苯磺酸钠 5 克, 溶于 1 升水中, pH 为 3.5, 常温使用。将烧结钕铁硼永磁体 D10.5*1 样品常规除油后, 5% 硝酸酸洗后, 水洗, 钝化 5 秒。过 60 ~ 80℃ 热水 3 ~ 10 秒老化, 吹干。磁体表面成膜不均匀, 发花。

[0039] 表 1

[0040]

实施例号	盐雾 (小时)	湿热 (小时)
实施例 1	2	5
实施例 2	2	5
实施例 3	3	5
实施例 4	3	5
实施例 5	2	5
实施例 6	4	5
对比实施例 1	0.5	1
对比实施例 2	1	2

[0041] 从表 1 中采用六价铬的对比实施例 1 与采用本发明无铬钝化剂的实施例 1 ~ 6 的

对比结果可以看出,本发明具有很高的钝化效率:在保持钝化处理时间相同的情况下,通过本发明揭示的无铬钝化方法对永磁材料进行处理,使永磁材料的耐盐雾时间从 0.5 小时提高到了 2~4 小时,其耐湿热时间从 1 小时提高到了 5 小时,即本发明处理后的永磁材料的耐腐蚀性能明显优于对比实施例 1;另外,在此使用本发明的无毒、无污染的无铬钝化剂替代了高毒性易致癌的铬酐,达到了环保的目的。

[0042] 从表 1 中对比实施例 2 与对比实施例 1 的对比结果可知,采用现有技术六价铬钝化 15 秒后的永磁材料在耐盐雾和湿热的性能方面还不如采用本发明的无铬钝化剂钝化 5 秒后的永磁材料,即相对于现有技术,本发明无铬钝化剂具有钝化时间短、效果好的优点。

[0043] 需要声明的是,上述发明内容及具体实施方式意在证明本发明所提供技术方案的实际应用,不应解释为对本发明保护范围的限定。本领域技术人员在本发明的精神和原理内,当可作各种修改、等同替换、或改进。本发明的保护范围以所附权利要求书为准。