



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103413668 A

(43) 申请公布日 2013. 11. 27

(21) 申请号 201210451024. X

(22) 申请日 2012. 11. 13

(71) 申请人 宁波宏垒磁业有限公司

地址 315195 浙江省宁波市鄞州区姜山镇茅山工业区龙腾路 20 号

(72) 发明人 张孙云 张宏芳

(74) 专利代理机构 南京众联专利代理有限公司  
32206

代理人 毕东峰

(51) Int. Cl.

H01F 41/02(2006. 01)

H01F 1/057(2006. 01)

C22C 38/00(2006. 01)

C22C 33/02(2006. 01)

B22F 3/16(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种制备镨铁钕铁硼磁体的方法

(57) 摘要

本发明公布了一种钕铁硼磁体制备方法,利用含镨量较低的镨铁取代目前大量使用的钕、镨等价格高的稀土成分作为原料进行制备,有效地降低了成本,同时可以保持钕铁硼材料的原有各项磁性能和理化性能。一种制备镨铁钕铁硼磁体的方法,包括配料工序,熔铸工序,制粉工序,压制成型工序,烧结回火工序。其中配料工序中原料包括:镨钕 26.5 ~ 30%,一号镨铁 0.45% ~ 0.6%,二号镨铁 0.9%,硼铁 0.95 ~ 1.06%,铈铁 0.32 ~ 0.45%,铝 0.44% ~ 0.60%,铜 0.12 ~ 0.16%,镓 0.1%,余量为铁及不可避免的杂质。

1. 一种制备镨铁钕铁硼磁体的方法,其特征在于,包括如下步骤:

配料工序:称量各种原材料后,将原料混合,其中原料包括,

镨钕 26.5 ~ 30%, 一号镨铁 0.45% ~ 0.6%, 二号镨铁 0.9%, 硼铁 0.95 ~ 1.06%, 铈铁 0.32 ~ 0.45%, 铝 0.44% ~ 0.60%, 铜 0.12 ~ 0.16%, 镓 0.1%, 余量为铁及不可避免的杂质;

熔铸工序:将配料工序所得混合物装入熔炼炉,开预抽阀和真空计,抽真空至 0.08pa 以下时,开开罗茨泵,当真空计为 0 时,关闭预抽阀和罗茨泵,关真空计,开充气阀充氩,至压力表压力为 0.04 ~ 0.06MPa 时关闭充气阀停止充氩;加温至 1473℃ 熔炼,待原料熔清后,静置 2 分钟,浇铸成锭子,关闭熔炼炉电源冷却至 80℃ 以下时取出锭子;

制粉工序:利用氢碎机将锭子击碎至粗粉,脱氢温度为 570℃;再利用气流磨将粗粉制成细粉,使出粉颗粒控制在 3.6 μm ~ 4.2 μm,将制成的粉料放入混料机内进行混料;

压制成型工序:将混合好的粉料放入成型压机内,加磁场取向,压制成型后退磁,取出生坯,迅速抽真空封装,再将封装好的坯料放入静压机中加压 150Mpa,保压 1 分钟后取出制成的生坯;

烧结回火工序:将制好的生坯装入料盒后,放入真空烧结炉内烧结,在 1070℃ 的温度下烧结 4 小时后冷却至 510℃ 时保温 3 小时后,从烧结炉中取出,即制成钕铁硼磁体。

2. 根据权利要求 1 所述的制备镨铁钕铁硼磁体的方法,其特征在于:所述配料工序中,镨钕为 28.5%, 一号镨铁 0.5%, 二号镨铁 0.9%, 硼铁 1%, 铈铁 0.4%, 铝 0.5%, 铜 0.15%, 镓 0.1%, 余量为铁及不可避免的杂质。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的制备镨铁钕铁硼磁体的方法,其特征在于:所述熔铸工序中,停止充氩的压力值为 0.05MPa。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的制备镨铁钕铁硼磁体的方法,其特征在于:所述制粉工序中,出粉颗粒控制在 3.9 μm。

5. 根据权利要求 1 所述的制备镨铁钕铁硼磁体的方法,其特征在于:压制成型工序中压制出的生坯尺寸为 52.3mm\*52.3mm\*26.9mm。

## 一种制备钕铁钕铁硼磁体的方法

[0001]

### 技术领域

[0002] 本发明涉及一种制备钕铁硼磁体的方法,尤其是涉及一种在原材料中添加镧铁的制备钕铁硼磁体的方法。

[0003]

### 背景技术

[0004] 磁性材料包括硬磁材料、软磁材料、半硬磁材料、磁致伸缩材料、磁光材料、磁泡材料和磁制冷材料等,其中用量最大的是硬磁材料和软磁材料。硬磁材料和软磁材料的主要区别是硬磁材料的各向异性场高、矫顽力高、磁滞回线面积大、技术磁化到饱和需要的磁场大。由于软磁材料的矫顽力低,技术磁化到饱和并去掉外磁场后,它很容易退磁,而硬磁材料由于矫顽力高,经技术磁化到饱和并去掉磁场后,它仍然长期保持很强的磁性,因此硬磁材料又称为永磁材料或恒磁材料。古代,人们利用矿石中的天然磁铁矿打磨成需要的形状,用来指南或吸引铁质器件,指南针是中国古代四大发明之一,对人类文明和社会进步做出过重要贡献。近代,磁性材料的研究和应用始于工业革命之后,并在短时间内得到迅速发展,现今,对磁性材料的研究和应用无论在广度或者深度上都是以前无可比拟的,各类高性能磁性材料,尤其是稀土永磁材料的开发和应用对现代工业和高新技术产业的发展起着巨大的推动作用。

[0005] 目前,稀土永磁材料有两大类,三代产品。第一大类是稀土-钴合金系(即 RE-Co 永磁),它又包括两代产品。1996年 K. Strant 发现 SmCo<sub>5</sub> 型合金具有极高的磁各向异常数,产生了第一代稀土永磁体 1:5 型 SmCo 合金。从此开始了稀土永磁材料的研究开发,并于 1970 年投入生产;第二代稀土永磁材料是 2:17 型的 SmCo 合金大约是 1978 年投入生产。它们均是以金属钴为基体的永磁材料合金。第二大类是钕铁硼合金(即 Nd-Fe-B 系永磁)。1983 年日本和美国同时发现了钕铁硼合金,称为第三代永磁材料,当 Nd 原子和 Fe 原子分别被不同的 RE 原子和其他金属原子取代可发展成多种成分不同、性能不同的 Nd-Fe-B 系永磁材料。其制备方法主要有烧结法、还原扩散法、熔体快淬法、粘结法、铸造法等,其中烧结法和粘结法在生产中应用最广泛。钕铁硼作为稀土永磁材料的一种具有极高的磁能积和矫顽力,同时高能量密度的优点使钕铁硼永磁材料在现代工业和电子技术中获得了广泛应用,从而使仪器仪表、电声电机、磁选磁化等设备的小型化、轻量化、薄型化成为可能。钕铁硼的优点是性价比高,具良好的机械特性;钕铁硼永磁材料的综合磁性能最好,并且烧结法优于粘结法。随着稀土金属镨、钕、镝和铽使用量的迅猛增加,以及国家的更严格宏观调控,对稀土开采、冶炼分离的环保要求和控制稀有重金属的产量控制,其价格也随之成倍上涨。据预测,稀有金属的调控将更加严格,这些金属或合金的价格还会持续上涨。目前的市场行情极大地提高了钕铁硼企业的生产成本,降低了钕铁硼企业的利润空间。在市场竞争日益激烈,原材料价格居高不下的情况下,提高钕铁硼磁体的生产技术水平,使用

价格低的原材料代替价格高的原材料,降低生产成本,增强企业的市场竞争力已经是势在必行。

[0006]

### 发明内容

[0007] 为解决上述问题,本发明公开了一种钕铁硼磁体制备方法,通过在原材料中添加含镨量较少的镨铁,有效减少了稀有金属用量,降低产品制备成本。

[0008] 为了达到上述目的,本发明提供如下技术方案:

一种制备镨铁钕铁硼磁体的方法,包括如下步骤:

配料工序:称量各种原材料后,将原料混合,其中原料包括,

镨钕 26.5 ~ 30%,一号镨铁 0.45% ~ 0.6%,二号镨铁 0.9%,硼铁 0.95 ~ 1.06%,铈铁 0.32 ~ 0.45%,铝 0.44% ~ 0.60%,铜 0.12 ~ 0.16%,镓 0.1%,余量为铁及不可避免的杂质;

熔铸工序:将配料工序所得混合物装入熔炼炉,开预抽阀和真空计,抽真空至 0.08pa 以下时,开开罗茨泵,当真空计为 0 时,关闭预抽阀和罗茨泵,关真空计,开充气阀充氩,至压力表压力为 0.04 ~ 0.06MPa 时关闭充气阀停止充氩;加温至 1473℃熔炼,待原料熔清后,静置 2 分钟,浇铸成锭子,关闭熔炼炉电源冷却至 80℃以下时取出锭子;

制粉工序:利用氢碎机将锭子击碎至粗粉,脱氢温度为 570℃;再利用气流磨将粗粉制成细粉,使出粉颗粒控制在 3.6 μm ~ 4.2 μm,将制成的粉料放入混料机内进行混料;

压制成型工序:将混合好的粉料放入成型压机内,加磁场取向,压制成型后退磁,取出生坯,迅速抽真空封装,再将封装好的坯料放入静压机中加压 150Mpa,保压 1 分钟后取出制成的生坯;

烧结回火工序:将制好的生坯装入料盒后,放入真空烧结炉内烧结,在 1070℃的温度下烧结 4 小时后冷却至 510℃时保温 3 小时后,从烧结炉中取出,即制成钕铁硼磁体。

[0009] 作为本发明的一种优选方案,所述配料工序中,镨钕为 28.5%,一号镨铁 0.5%,二号镨铁 0.9%,硼铁 1%,铈铁 0.4%,铝 0.5%,铜 0.15%,镓 0.1%,余量为铁及不可避免的杂质。此种配比下,制成的钕铁硼磁体磁性最为稳定。

[0010] 作为本发明的一种优选方案,所述熔铸工序中,停止充氩的压力值为 0.05MPa。

[0011] 作为本发明的一种优选方案,所述制粉工序中,出粉颗粒控制在 3.9 μm。

[0012] 作为本发明的一种优选方案,压制成型工序中压制出的生坯尺寸为 52.3mm\*52.3mm\*26.9mm。

[0013] 与现有技术相比,本发明利用含镨量较低的镨铁取代目前大量使用的钕、镨等价格高的稀土成分作为原料进行制备,有效地降低了成本,同时可以保持钕铁硼材料的原有各项磁性能和理化性能。本发明工艺步骤简单,便于实施和推广。

[0014]

### 具体实施方式

[0015] 以下将结合具体实施例对本发明提供的技术方案进行详细说明,应理解下述具体实施方式仅用于说明本发明而不用于限制本发明的范围。

[0016] 实施例一:

一种制备镨铁钕铁硼磁体的方法,包括如下步骤:

配料工序:称量各种原材料后,将原料混合,其中原料包括:

镨钕合金 26.5%,一号镨铁 0.45%,二号镨铁 0.8%,硼铁 0.95%,铈铁 0.32%,铝 0.44%,铜 0.12~0.16%,0.15%,镓 0.1%,余量为铁及不可避免的杂质;

其中一号镨铁中,镨含量为 5%,余量为铁及不可避免的杂质;二号镨铁中,镨含量为 2%,余量为铁及不可避免的杂质。硼铁是硼和铁的合金,硼含量在 4.0%~24.0% 范围内,本例中硼含量为 16%。铈铁是铈含量在 50.0%~80.0% 范围内的铈铁合金,本例中铈含量为 65%。

[0017] 熔铸工序:将配料工序所得混合物装入熔炼炉,开预抽阀和真空计,抽真空至 0.08pa 以下时,开开罗茨泵,当真空计为 0 时,关闭预抽阀和罗茨泵,关真空计,开充气阀充氩,至压力表压力为 0.04~0.06MPa 时关闭充气阀停止充氩;加温至 1473℃ 熔炼,待原料熔清后,静置 2 分钟,浇铸成锭子,关闭熔炼炉电源冷却至 80℃ 以下时取出锭子;

制粉工序:利用氢碎机将锭子击碎至粗粉,脱氢温度为 570℃;氢碎机利用稀土金属间化合物的吸氢特性,将钕铁硼合金置于氢气环境下,氢气沿富钕相薄层进入合金,使之膨胀爆裂而破碎,沿富钕相层处开裂,从而使薄片变为粗粉。再利用气流磨将粗粉制成细粉,使出粉颗粒控制在 3.6 μm,将制成的粉料放入混料机内进行混料。

[0018] 压制成型工序:将混合好的粉料放入成型压机内,加磁场取向,压制成型后退磁,取出生坯,迅速抽真空封装,再将封装好的坯料放入静压机中加压 150Mpa,保压 1 分钟后取出制成的生坯;尺寸优选为 52.3mm\*52.3mm\*26.9mm。

[0019] 烧结回火工序:将制好的生坯装入料盒后,放入真空烧结炉内烧结,在 1070℃ 的温度下烧结 4 小时后冷却至 510℃ 时保温 3 小时后,从烧结炉中取出,即制成钕铁硼磁体。

[0020] 对制成的钕铁硼磁体取样进行性能检测,测得各样品数值如下表:

序号	Br	Hc <sub>j</sub>	BH	密度
1	1.351	13.7	43.99	7.516
2	1.351	13.8	44.00	7.518
3	1.351	13.7	44.01	7.519

实施例二:

一种制备镨铁钕铁硼磁体的方法,包括如下步骤:

配料工序:称量各种原材料后,将原料混合,其中原料包括:

镨钕合金 28.5%,一号镨铁 0.5%,二号镨铁 0.9%,硼铁 1%,铈铁 0.4%,铝 0.5%,铜 0.15%,镓 0.1%,余量为铁及不可避免的杂质;

其中一号镨铁中,镨含量为 5%,余量为铁及不可避免的杂质;二号镨铁中,镨含量为 2%,余量为铁及不可避免的杂质。硼铁是硼和铁的合金,硼含量在 4.0%~24.0% 范围内,本例中硼含量为 16%。铈铁是铈含量在 50.0%~80.0% 范围内的铈铁合金,本例中铈含量为 65%。

[0021] 熔铸工序:将配料工序所得混合物装入熔炼炉,开预抽阀和真空计,抽真空至 0.08pa 以下时,开开罗茨泵,当真空计为 0 时,关闭预抽阀和罗茨泵,关真空计,开充气阀充氩,至压力表压力为 0.04~0.06MPa 时关闭充气阀停止充氩;加温至 1473℃ 熔炼,待原料熔清后,静置 2 分钟,浇铸成锭子,关闭熔炼炉电源冷却至 80℃ 以下时取出锭子;

制粉工序:利用氢碎机将锭子击碎至粗粉,脱氢温度为 570℃;氢碎机利用稀土金属间

化合物的吸氢特性,将钕铁硼合金置于氢气环境下,氢气沿富钕相薄层进入合金,使之膨胀爆裂而破碎,沿富钕相层处开裂,从而使薄片变为粗粉。再利用气流磨将粗粉制成细粉,使出粉颗粒控制在  $3.9 \mu\text{m}$ ,将制成的粉料放入混料机内进行混料。

[0022] 压制成型工序:将混合好的粉料放入成型压机内,加磁场取向,压制成型后退磁,取出生坯,迅速抽真空封装,再将封装好的坯料放入静压机中加压 150Mpa,保压 1 分钟后取出制成的生坯;尺寸优选为  $52.3\text{mm} \times 52.3\text{mm} \times 26.9\text{mm}$ 。

[0023] 烧结回火工序:将制好的生坯装入料盒后,放入真空烧结炉内烧结,在  $1070^\circ\text{C}$  的温度下烧结 4 小时后冷却至  $510^\circ\text{C}$  时保温 3 小时后,从烧结炉中取出,即制成钕铁硼磁体。

[0024] 对制成的钕铁硼磁体取样进行性能检测,测得各样品数值如下表:

序号	Br	Hcj	BH	密度
1	1.351	13.6	44.02	7.522
2	1.351	13.7	44.02	7.524
3	1.352	13.6	44.03	7.528

实施例三:

一种制备钕铁硼磁体的方法,包括如下步骤:

配料工序:称量各种原材料后,将原料混合,其中原料包括:

镨钕合金 30%,一号镨铁 0.6%,二号镨铁 1.0%,硼铁 1.06%,1%,铈铁 0.45%,铝 0.60%,铜 0.16%,镓 0.1%,余量为铁及不可避免的杂质;

其中一号镨铁中,镨含量为 5%,余量为铁及不可避免的杂质;二号镨铁中,镨含量为 2%,余量为铁及不可避免的杂质。硼铁是硼和铁的合金,硼含量在 4.0% ~ 24.0% 范围内,本例中硼含量为 16%。铈铁是铈含量在 50.0% ~ 80.0% 范围内的铈铁合金,本例中铈含量为 65%。

[0025] 熔铸工序:将配料工序所得混合物装入熔炼炉,开预抽阀和真空计,抽真空至 0.08pa 以下时,开开罗茨泵,当真空计为 0 时,关闭预抽阀和罗茨泵,关真空计,开充气阀充氩,至压力表压力为 0.04 ~ 0.06MPa 时关闭充气阀停止充氩;加温至  $1473^\circ\text{C}$  熔炼,待原料熔清后,静置 2 分钟,浇铸成锭子,关闭熔炼炉电源冷却至  $80^\circ\text{C}$  以下时取出锭子;

制粉工序:利用氢碎机将锭子击碎至粗粉,脱氢温度为  $570^\circ\text{C}$ ;氢碎机利用稀土金属间化合物的吸氢特性,将钕铁硼合金置于氢气环境下,氢气沿富钕相薄层进入合金,使之膨胀爆裂而破碎,沿富钕相层处开裂,从而使薄片变为粗粉。再利用气流磨将粗粉制成细粉,使出粉颗粒控制在  $4.2 \mu\text{m}$ ,将制成的粉料放入混料机内进行混料。

[0026] 压制成型工序:将混合好的粉料放入成型压机内,加磁场取向,压制成型后退磁,取出生坯,迅速抽真空封装,再将封装好的坯料放入静压机中加压 150Mpa,保压 1 分钟后取出制成的生坯;尺寸优选为  $52.3\text{mm} \times 52.3\text{mm} \times 26.9\text{mm}$ 。

[0027] 烧结回火工序:将制好的生坯装入料盒后,放入真空烧结炉内烧结,在  $1070^\circ\text{C}$  的温度下烧结 4 小时后冷却至  $510^\circ\text{C}$  时保温 3 小时后,从烧结炉中取出,即制成钕铁硼磁体。

[0028] 对制成的钕铁硼磁体取样进行性能检测,测得各样品 Br: 1.352 Hcj: 13.6-13.9 BH: 43.99-44.06 退磁曲线好,密度范围 7.516-7.533。其中 Br 为剩余磁感应强度,Hcj 为内禀矫顽力, BH 为磁能积。

[0029] 对制成的钕铁硼磁体取样进行性能检测,测得各样品数值如下表:

序号	Br	Hcj	BH	密度
----	----	-----	----	----

3.1	1.352	13.9	44.06	7.533
3.2	1.352	13.9	44.05	7.530
3.3	1.351	13.8	44.04	7.528

由实施例一、二、三可见,由本发明提供的制备方法制造出的钕铁硼磁体各项参数, Br: 1.351 ~ 1.352, H<sub>cj</sub>: 13.6 ~ 13.9 BH: 43.99 ~ 44.06, 钕铁硼磁体的退磁曲线好, 密度范围 7.516 ~ 7.533。

[0030] 本发明方案所公开的技术手段不仅限于上述技术手段所公开的技术手段, 还包括由以上技术特征任意组合所组成的技术方案。